

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

73989

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu: _____

Kl. 12o,23/03

Zgłoszono: 30.09.1971 (P. 150839)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 143/78

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 20.01.1975

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej 4 (1.1.1974)

Twórcy wynalazku: Kazimierz Kozłowski, Wiesława Sulecka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Wyższa Szkoła Inżynierska im.
Jana i Jędrzeja Śniadeckich,
Bydgoszcz (Polska)

Sposób otrzymywania benzenosulfamidu ze smół odpadowych po produkcji benzenosulfochlorku

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania benzenosulfamidu ze smół odpadowych po produkcji benzenosulfochlorku.

Dotychczas znane są sposoby otrzymywania benzenosulfamidu z czystego benzenosulfochlorku. Natomiast nie znane są sposoby otrzymywania benzenosulfamidu ze smół odpadowych po produkcji benzenosulfochlorku. Smoły po produkcji benzenosulfochlorku są bardzo uciążliwym odpadem produkcyjnym, gdyż podczas składowania na powietrzu ulegają powolnemu rozkładowi. Zawarty w smołach benzenosulfochlorek rozkłada się powoli na chlorowodór i kwas benzenosulfonowy. Oba te składniki zakwaszają teren i są trujące. Skład odpadowych smół po benzenosulfochlorku produkowanym metodą okresową jest następujący:

Dwufenylosulfon	34,8—63,3%
Benzenosulfochlorek	29,0—58,0%
Organiczne połączenia z żelazem	8—10%
Kwas benzenosulfonowy	
Kwas benzenosulfonowy	0,4—1,6%

Na drodze destylacji próżniowej nie udaje się oddzielić benzenosulfochlorku bezpośrednio ze smół odpadowych. Z wymienionych zanieczyszczeń jedynie duże stężenie dwufenylosulfonu przeszkadza reakcji tworzenia się benzenosulfamidu.

Istota wynalazku polega na tym, że smoły odpadowe po produkcji benzenosulfochlorku traktuje się mieszaniną benzenu i benzyny, odsącza się wydzielony dwufenylosulfon, a przesącz zawierający

2

benzenosulfochlorek oraz wyżej wymienione zanieczyszczenia wraz z rozpuszczalnikami poddaje się aminowaniu do benzenosulfamidu wodnym roztworem amoniaku. Można też z przesączu częściowo oddestylować rozpuszczalniki benzen — benzyna, a następnie przeprowadzić aminowanie.

Zaletą techniczną wynalazku jest prosta operacja, nie wymagająca czystego sulfochlorku ani też specjalnej, kwasoodpornej aparatury. Wydajność oczyszczonego sulfamidu wynosi 86% w przeliczeniu na zawartość benzenosulfochlorku w odpadzie.

Przykład I. 600 g odpadowych smół po produkcji benzenosulfochlorku zalewa się mieszaniną 120 g benzenu i 80 g benzyny (frakcja 80°C) i pozostawia się w temperaturze 20°C w czasie 14 godzin. Następnie odsącza się wydzielony dwufenylosulfon; otrzymuje się około 450 ml przesączu. Ciemnobrunatny przesącz wlewa się cienkim strumieniem, podczas energicznego mieszania, do 250 ml 25% wodnego roztworu amoniaku. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się przy 50°C. Po zakończeniu reakcji oddestylowuje się mieszaninę rozpuszczalników do temperatury 92°C w ilości 235 ml. Po oziębieniu wykrystalizowuje brunatny osad. Po odsączeniu i krystalizacji z wody otrzymuje się czysty benzenosulfamid (335 g) o temperaturze topnienia 151°C z wydajnością 86% w przeliczeniu na zawarty w smołach benzenosulfochlorek.

Przykład II. 600 g smół odpadowych po produkcji benzenosulfochlorku oddziela się od dwufenylosulfonu, jak w przykładzie I. Przesącz poddaje się destylacji pod normalnym ciśnieniem; oddestylowuje się rozpuszczalniki w temperaturze 90°C. Pozostałość po destylacji, którą stanowi ciemnobrunatna ciecz, wkrapla się do roztworu amoniaku (temperatura reakcji nie powinna przekroczyć 50°C). Po oziębieniu do temperatury 15°C wydziela się osad benzenosulfamidu. Po krystalizacji z wody otrzymuje się czysty benzenosulfamid o temperaturze topnienia 151°C z wydajnością 74%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania benzenosulfamidu ze smół odpadowych po produkcji benzenosulfochlorku **zamienny tym**, że smoły odpadowe traktuje się mieszaniną benzenu i benzyny, odsącza się wydzielony dwufenylosulfon, a przesącz zawierający benzenosulfochlorek i pozostałe zanieczyszczenia wraz z rozpuszczalnikami poddaje się aminowaniu wodnym roztworem amoniaku do benzenosulfamidu, bądź też z przesączu częściowo oddestylowuje się rozpuszczalniki benzen — benzyna, a następnie przeprowadza się aminowanie.