



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

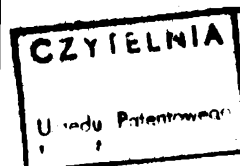
Zgłoszono: 30.01.78 (P. 204334)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 27.08.79

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1982

Int. Cl.³
C07C 143/70



Twórcy wynalazku: Tadeusz Lesiak, Jerzy Nowakowski
Uprawniony z patentu: Uniwersytet Mikołaja Kopernika, Toruń (Polska)

**Sposób wytwarzania nowego 1,1,1-trójkloro-2,2-bis
(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo) etanu**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nowego 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo)etanu.

Znany jest z opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2 215 803 sposób otrzymywania sulfonowych pochodnych 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu, zawierających co najmniej jedną grupę sulfonową w cząsteczce, na drodze ogrzewania 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu z kwasem chlorosulfonowym lub 20% oleum. Sposób ten umożliwia jednak otrzymywanie wyłącznie mieszaniny sulfonowych pochodnych 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu o nie ustalonym i trudnym do przewidzenia składzie. Nie podaje on także techniki rozdzielania poszczególnych izomerów oraz ich wydzielania w czystej postaci.

Sposobem według wynalazku 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo)etan otrzymuje się z wysoką wydajnością na drodze reakcji 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu z co najmniej 20-krotnym nadmiarem kwasu chlorosulfonowego w temperaturze 40–70°C, korzystnie w temperaturze 50°C.

Aromatyczne dwusulfochloroki tego typu mają szerokie zastosowanie w przemyśle środków powierzchniowo-czynnych, tworzyw sztucznych, farmaceutycznym oraz środków ochrony roślin. Związki te nadają się bowiem do wielu przekształceń lepiej niż odpowiednie kwasy sulfonowe lub ich sole.

2

W szczególności otrzymany sposobem według wynalazku 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo)etan stanowi substrat do syntezy kwasów dwusulfonowych i ich estrów, dwufenoli, dwusulfonamidów, dwusulfoizocyjanianów oraz tworzyw sztucznych o strukturze polisulfonów i polisulfonianów posiadających korzystne właściwości użytkowe.

Sposób według wynalazku posiada także istotne zalety natury ekonomicznej, gdyż wytycza nowe możliwości utylizacji dla wycofanego ostatnio z użycia 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu, będącego podstawowym surowcem do wytwarzania przedmiotowego dwusulfochloroku. Gwarantuje on również wysoki stopień czystości otrzymanego produktu oraz zadowalającą efektywność procesu. Stosowane do syntezy substraty są tanie i łatwo dostępne, a czynności preparatywne prowadzone sposobem według wynalazku charakteryzują się prostotą, pełną reprodukowalnością i nie wymagają stosowania skomplikowanej aparatury.

Sposób według wynalazku, nie ograniczając jego zakresu, został bliżej objaśniony w niżej podanym przykładzie.

Przykład. W reaktorze szklanym, zaopatrzonym w mieszadło mechaniczne, wkraplacz, termometr i chłodnicę zwrotną umieszcza się 21 g (około 0,06 mola) 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etanu, po czym dodaje się po kropli 155 g

(1,33 mola) świeżo przedestylowanego kwasu chlorosulfonowego. Następnie mieszaninę reakcyjną utrzymuje się w temperaturze 50°C przez okres 5 godzin. Po ochłodzeniu, całość powoli wylewa się przy jednoczesnym energicznym mieszaniu na lód i pozostawia do odstania na 24 godziny. Otrzymany osad przemywa się wodą w temperaturze 0—5°C do obojętnego odczynu, suszy nad żelazem krzemionkowym, a następnie dwukrotnie krystalizuje z czterochlorku węgla. Uzyskuje się 30,1 g 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo)

etanu, co stanowi 91% wydajności teoretycznej w postaci białych kryształów o temperaturze topnienia 163,5—164°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nowego 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(3-chlorosulfo-4-chlorofenylo)etanu, **znamienny** tym, że 1,1,1-trójkloro-2,2-bis(4-chlorofenylo)etan poddaje się reakcji z co najmniej 20-krotnym nadmiarem kwasu chlorosulfonowego w temperaturze 40—70°C, korzystnie w temperaturze 50°C.