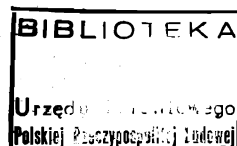


CO7C 143/72



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43849

Kl. 12 o, 23/01

VEB Farbenfabrik Wolfen*)

Wolfen, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania alkilosulfonoarylidosulfonianów

Patent trwa od dnia 11 kwietnia 1959 r.

Pierwszeństwo: 3 maja 1958 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Alkilosulfonoarylidosulfoniany otrzymuje się, jak wiadomo na drodze reakcji alkilosulfochlorków z aminą aromatyczną oraz bezpośredniego sulfonowania i zobojętnienia otrzymanych kwasów alkilosulfonoarylidosulfonowych.

Reakcję wytwarzania arylidu prowadzi się zwykle w temperaturze 70–80°C, przy tym albo stosuje się w nadmiarze aminę aromatyczną (na przykład 2–3 mole aniliny na 1 mol alkilosulfochlorku), która w znany sposób reaguje z alkilosulfochlorkiem, albo sulfochlorek zadaje się stopniowo teoretycznie wymaganą ilością aminy (na przykład 1,1 mola aniliny na 1 mol sulfochlorku) i po przereagowaniu zobojętnia się substancją nieorganiczną, wiążącą kwas.

Otrzymane w ten sposób arylicydy są brunatno zabarwionymi olejami, które przez sulfonowanie kwasem chlorosulfonowym lub wysokoprocentowym oleum i zobojętnienie ługiem sodowym dostarczają doskonałych środków piorących.

Przy otrzymywaniu alkilosulfochlorków jedynie tylko około 50% dodanych węglowodorów ulega sulfochlorowaniu tak, że bardzo znaczna ich część pozostaje niezmydlona jako tak zwany „olej powrotny”. Ten nieprzereagowany olej powrotny powinien być usunięty z alkilosulfonoarylidu lub jego produktu sulfonowania. W tym celu olej powrotny oddziela się za pomocą rozpuszczalnika organicznego takiego, jak alkohol metylowy, w którym tylko arylid się rozpuszcza. Następnie alkohol etylowy usuwa się przez destylację. Bezpośrednio po tym można rozpocząć sulfonowanie, przy czym dodaje się

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Hort Laqua.

rozpuszczalnik organiczny ewentualnie środek rozcieńczający, odporny na działanie kwasu chlorosulfonowego, jak na przykład chlorek metylenu, chloroform lub eter butylowy celem zwiększenia zdolności mieszania nadzwyczaj lepkiego kwasu alkilosulfonoarylidosulfonowego, który po zobojętnieniu ługiem sodowym należy znowu oddestylować.

Drugi sposób usuwania oleju powrotnego polega na tym, że przy sulfonowaniu aryldu kwasem chlorosulfonowym pozostawia się go w sulfonowanej mieszaninie, gdzie służy on równocześnie jako środek dyspergujący dla nadzwyczaj lepkiego kwasu alkilosulfonoarylidosulfonowego. Po zobojętnieniu olej powrotny należy oddzielić, co można wykonać na przykład za pomocą alkoholu metylowego w roztworze wodnym w temperaturze 60°C. Odzyskiwanie metanolu, aby uniknąć jego całkowitej straty na skutek pienienia się środka piorącego, wymaga wysokich kosztów aparaturowych.

Oba przytoczone wyżej sposoby oddzielenia oleju powrotnego wymagają w zasadzie stosowania trujących, palnych rozpuszczalników organicznych i pracy w pomieszczeniu zabezpieczonym przed wybuchem, o dobrej wentylacji. Metody te przy tym dają straty rozpuszczalników organicznych lub przy ich odzyskiwaniu dają w wyniku wysokie nakłady aparaturowe.

Wynalazek usuwa te niedogodności. W sposobie według wynalazku wytrąca się niezsulfonowane węglowodory, które występują przy wytwarzaniu alkilosulfochlorku w postaci oleju powrotnego, przez dodanie do mieszaniny reakcyjnej 100%-owego kwasu siarkowego (monohydratu). Następuje rozdzielanie się mieszaniny na dwie warstwy, górną zawierającą olej powrotny i dolną stanowiącą mieszaninę alkilosulfonoarylidu i kwasu siarkowego. Obie warstwy łatwo się oddzielą od siebie. Mieszaninę alkilosulfonoarylidu i kwasu siarkowego poddaje się sulfonowaniu znanym sposobem za pomocą kwasu chlorosulfonowego lub wysokoprocenowego oleum i otrzymany produkt zobojętnia się.

W sposobie według wynalazku odpada przeto stosowanie rozpuszczalnika organicznego, związane z jego stratami, ewentualnie nakład aparaturowy warunkujący kosztowność odzyskania rozpuszczalnika.

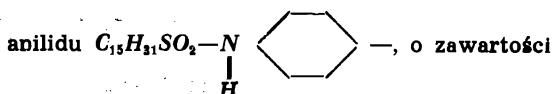
Przy oddzieleniu oleju powrotnego wymaga ilość kwasu siarkowego wynosi tylko około 25% wagowych w stosunku do poprzednio stosowanej ilości alkoholu metylowego. Otrzymany po zobojętnieniu ługiem sodowym siarczan so-

dowy dodaje się jako rozcieńczalnik środka piorącego, w gotowym produkcie. Kwas siarkowy stosuje się w temperaturze pokojowej, podczas gdy przy prowadzeniu procesu z rozpuszczalnikami organicznymi wymagana jest temperatura 60°C.

Tak otrzymane alkilosulfonoarylidosulfoniany posiadają doskonałe właściwości piorące, zwilżające, dyspergujące mydła wapniowe i pieniące. Wodne roztwory tego produktu są odporne na twardość wody, jak również na kwasy i ługi. Wskutek trwałości produktu w stosunku do 25%-owego ługu sodowego można go stosować jako środek zwilżający przy merceryzacji.

Podany wyżej sposób oddzielania powstającego przy otrzymywaniu alkilosulfochlorków oleju powrotnego może być również stosowany korzystnie przy otrzymywaniu innych produktów, które wytwarza się z tych sulfochlorków, na przykład alkilosulfonoamidów (przykład II).

Przykład I. 734 g (1 mol) alkilosulfono-



50% oleju powrotnego miesza się w temperaturze pokojowej w ciągu 5 minut z 150 g 100%-owego kwasu siarkowego. Powstają dwie warstwy, z których dolna zawiera alkilosulfonoanilid, a górna olej powrotny. Warstwy te poddaje się rozdzielaniu w rozdzielaczu.

Warstwa dolna: 517 g

Warstwa górna: 367 g

Do wydzielonej warstwy dolnej dolewa się w ciągu 30 minut przy chłodzeniu do temperatury 20–30°C 160 g kwasu chlorosulfonowego, następnie przepuszcza się przez sulfonowaną mieszaninę powietrze w ciągu 2 godzin w celu odpędzenia utworzonego kwasu solnego. Do uwolnionego od kwasu solnego kwasu alkilosulfonoanilidosulfonowego dolewa się, chłodząc 1000 ml wody, zobojętnia 710 g 25%-owego ługu sodowego, dodaje się 5 g podsiarczyny sodowej, pozostawia na noc, odsącza na filtrze obrotowym i odparowuje przeźroczysty roztwór w suszarce bębnowej.

Otrzymuje się 676 g lekko żółto zabarwionego proszku, o doskonałych właściwościach piorących, zwilżających, dyspergujących mydła wapniowe i pieniących.

Przykład II. 582 (1 mol) alkilosulfonoamidu, $C_{15}H_{31}SO_2NH_2$, o zawartości 50%-owego

oleju powrotnego miesza się w ciągu 5 minut z 250 g 100%-owego kwasu siarkowego. Utworzoną warstwę dolną, która zawiera alkilosulfonoamid, oddziela się w temperaturze około 50°C od warstwy górnej, którą tworzy olej powrotny.

Warstwa dolna 541 g

Warstwa górna: 291 g

Do wydzielonej warstwy dolnej dodaje się 210 ml wody, przy czym u dołu wydziela się 55%-owy kwas siarkowy.

Warstwa dolna: 451 g

Warstwa górna: 300 g

Warstwę górną przez powtórne przemycie 200 ml wody uwalnia się od kwasu. Po wysuszeniu w próżni otrzymuje się alkilosulfonoamid, całkowicie wolny od oleju powrotnego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania alkilosulfonoarylidosulfonianów z alkilosulfochlorków przez reakcję z aminą aromatyczną, sulfonowanie i zobojętnianie powstałego przy tym kwasu alkilosulfonoarylidosulfonowego, znamienny tym, że nie ulegające sulfonowaniu przy otrzymywaniu alkilosulfochlorku węglowodory w postaci tak zwanego oleju powrotnego, oddziela się od otrzymanego alkilosulfonoarylidu działaniem 100%-owego kwasu siarkowego (monohydratu) w temperaturze pokojowej, a pozostałą mieszaninę alkilosulfonoarylidu i kwasu siarkowego poddaje się łącznie w znany sposób dalszej obróbce.

VEB Farbenfabrik Wolfen

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy