

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 115581

Int. Cl. C 07 c 85/02

Kl. 12 q-5

Patentsøknad nr. 156 923 Inngitt 25. februar 1965

Søknaden alment tilgjengelig fra 1. juli 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 28. okt. 1968

Prioritet begjært fra: 26/2-64 USA, nr. 347 362

Monsanto Company, 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Mo., USA.

Oppfinnere: Robert Johnson, 2626 Whaley, Pensacola, Fla., og
LeMoynes Wilfred Plischke, 765 Berkley Drive, Pensacola, Fla., USA.

Fullmektig: Siv.ing. Erling Quande.

Fremgangsmåte ved fremstilling av tetra-alkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte ved fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av visse benzensulfonsyrer i vandig oppløsning.

Tetraalkylammoniumsulfonater utgjør en klasse av forbindelser som i alminnelighet er vannoppløselige, krystallinske faste stoffer. Disse salter er nyttige for en rekke industrielle og landbruksformål, f. eks. som dispergeringsmidler ved färvning og behandling i tekstilindustrien, generelt som biologiske gifter og som baktericider og viricider. De kan også med fordel anvendes i vandig oppløsning ved elektrolytiske prosesser som innbefatter organiske forbindelser med begrenset vannoppløselighet.

Fremgangsmåter er kjent for fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer i hvilke en alkylester av en benzensulfonsyre omsettes med et trialkylamin, men disse kjente fremgangsmåter utføres under vannfrie betin-

gelser i nærvær av et inert organisk oppløsningsmiddel. Når forsøk har vært gjort på å fremstille tertaalkylammoniumbenzensulfonater fra alkylbenzensulfonater og trialkylaminer ved disse kjente vannfrie fremgangsmåter, har man møtt mange vanskeligheter. Reaksjonshastighetene er lave, og 5 til 10 vekt% av esteren forblir i alminnelighet ureagert i det organiske oppløsningsmiddel, selv om et stort overskudd av amin kan være tilstede i reaksjonsmassen. De organiske oppløsningsmidler har også en lav oppløselighet for tetraalkylammoniumsalter, hvilket bevirker krystallisasjon av disse i reaksjonsapparatene. Slik krystallisasjon bevirker prosessvanskeligheter såsom gjenstopning av rør og krystaloppbygning på kjøleflater.

Ved elektrolytiske fremgangsmåter for å syntetisere visse organiske forbindelser i hvilke der anvendes vandige elektrolytter, brukes tetraalkylammoniumsulfonater for å øke oppløselig-

heten av organiske forbindelser i den vandige elektrolytt. Når tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer fremstilles ved kjente ikke-vandige fremgangsmåter for anvendelse med vandige elektrolytter, må saltene først utvinnes fra de ikke-vandige oppløsninger ved krystallisasjon, filtrering eller lignende og må så videre behandles for å få salter av høy renhet som er nødvendig for anvendelse ved fremstillingen av passende vandige elektrolytter. Disse utvinnings- og rensetrinn er ikke bare brysomme og tidskrevende, men også dyre og tapsbevirkende.

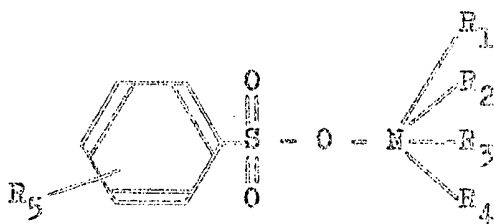
Skjønt det er vel kjent av trialkylaminer er vannoppløselige, var den vellykkede fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer direkte i vandig oppløsning, med praktisk talt teoretisk utbytte, fullstendig uventet. Det er vel kjent at vann hydrolyserer alkylestere av benzensulfonsyrer. Vann blir derfor vanligvis utelukket fra enhver reaksjon som innbefatter disse forbindelser.

Det er et hovedmål ved foreliggende oppfinnelse å skaffe en fremgangsmåte ved fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer i vandig oppløsning.

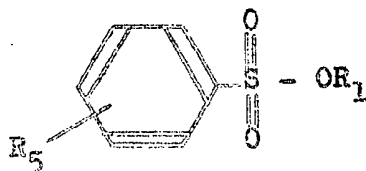
Det er også et formål med oppfinnelsen å skaffe en fremgangsmåte ved fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer med praktisk talt teoretisk utbytte.

Et videre mål er å skaffe en fremgangsmåte for å syntetisere tetraalkylammoniumbenzensulfonater i vandige oppløsninger som kan anvendes direkte som elektrolytter ved elektrolytiske fremgangsmåter for å syntetisere visse organiske forbindelser.

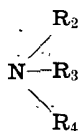
Ved foreliggende fremgangsmåte fremstilles tetraalkylammoniumsalter av benzensulfonsyrer av den generelle formel I:



hvor R_1 , R_2 , R_3 og R_4 er alkylradikaler med 1—5 carbonatomer, R_5 er hydrogen eller methyl, ved at en forbindelse med formelen II:



hvor R_1 og R_5 er som ovenfor angitt, omsettes med et trialkylamin med formelen III:



hvor R_2 , R_3 og R_4 er som ovenfor angitt, under dannelse av en oppløsning av tetraalkylammoniumsaltet av en benzensulfonsyre av formel I, og saltoppløsningen føres til en sone med fordampende betingelser, hvorved ureagert trialkylamin fjernes, og fremgangsmåten er karakterisert ved at reaksjonen utføres i vann inneholdende 20—50 vekt% trialkylamin i form av en oppløsning eller blanding, idet der anvendes et overskudd av trialkylamin. Fortrinnsvis anvendes et molart overskudd av trialkylamin som er større enn 5 %.

Eksempler på tetraalkylammoniumsulfonater som kan fremstilles i overensstemmelse med fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen, er tetramethylammonium o-, m- eller p-toluensulfonat som kan fremstilles ved omsetning av trimethylamin med methyl-o-, -m- eller -p-toluensulfonat tetramethylammoniumbenzensulfonat som kan fremstilles ved omsetning av trimethylamin med methylbenzensulfonat, methyltriethylammonium-o-, -m- eller -p-toluensulfonat som kan fremstilles ved omsetning av triethylamin med methyl-o-, -m- eller -p-toluensulfonat og methyltriethylammoniumbenzensulfonat som kan fremstilles ved omsetning av triethylamin med methylbenzensulfonat.

Ved fremstilling av et ønsket tetraalkylammoniumbenzensulfonat fra det valgte trialkylamin og alkylestere av benzensulfonsyren, kan reaksjonen utføres ved å bringe esteren i kontakt med en vandig oppløsning av trialkylamin ved den omgivende, nedsatt eller øket temperatur inntil kjemisk addisjon av sulfonatet til aminet er praktisk talt fullstendig. Intet inert organisk oppløsningsmiddel, såsom ethanol, isopropanol, benzen, diklorbenzen, hexan, dioxan eller ether er nødvendig. Alkylbenzensulfonatet kan tilsettes til vandig trialkylaminoppløsning under omrøring og med en hastighet og under temperatur og trykkbetingelser slik at damptrykket av systemet ikke blir for høyt. Mengden av trialkylamin i den vandige oppløsning skal være større enn den teoretiske mengde som kreves for reaksjon. Som nevnt, foretrekkes det at minst et 5 % molart overskudd av amin anvendes. Reaksjonen foregår meget hurtig og er praktisk talt avsluttet når tilsetningen av esteren til den vandige oppløsning av amin opphører. Reaksjonstemperaturen bestemmes av trialkylaminet. Reaksjonen er i alminnelighet eksoterm. Ved for høye temperaturer finner fordampning av alkylamin sted, derfor må kjøleanordning eller trykkutstyr anvendes. Som et eksempel ville trimethylamin reagere ved 0° C, men det ville være nødvendig å anvende dyrt kjøleutstyr. Ved 100° C under anvendelse av trimethylaminer ville trykkutstyr være nødvendig for å forhindre fordampningen av de reagerende materialer. Temperaturer ved eller nær den omgivende temperatur er brukbare i tilfelle av trimethylamin. Triethylamin krever vanligvis varmetilførsel for å starte reaksjonen og i noen tilfeller opprettholde en forhøyet temperatur.

I et foretrukket eksempel vil en variasjon av temperaturen av den vandige oppløsning av amin mellom 20° C og 60° C ha liten eller ingen innflytelse på utbyttet at tetramethylammoni-

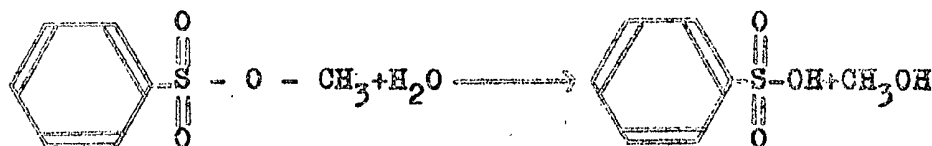
umbenzensulfonat fremstilt ved tilsetning av methylbensulfonat til en vandig oppløsning inneholdende et 10 %-ig teoretisk overskudd av triethylamin. I et annet eksempel, fremstillingen av tetraethylammonium-p-toluen-sulfonat fra triethylamin og ethyl-p-toluensulfonat, er en reaksjonstemperatur på 70 til 90° C anvendbar.

Efter tilsetningen av esteren til den vandige oppløsning forflyktiges overskudd av amin fra oppløsningen og gjenvinnes for fornyet anvendelse, ved absorpsjon i vann eller andre egnede midler. Konsentrasjonen av den gjenværende vandige oppløsning av tetraalkylammoniumbenzensulfonater kan innstilles som det er ønskelig, avhengig av den spesielle anvendelse eller fremgangsmåte i hvilken den vandige oppløsning skal anvendes. Der er noen fasedannelse når triethylamin omsettes med et sulfonat som har ethylgruppen som den reaktive alkylgruppe. I det tilfelle hvor den reaktive alkylgruppe er methyl, er reaksjonen så hurtig at der er ikke noen iakttagbar fasedannelse. Når varme tilfø-

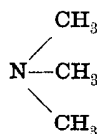
res til en oppløsning hvori der er faser, er fasene tilbøyelig til å forsvinne eftersom reaksjonen skrider frem.

I et foretrukket eksempel på anvendelsen av den vandige tetraalkylammoniumsaltoppløsning som et oppløsningsmiddel og elektrolytt i elektrohydrodimerisering av acrylnitril til adiponitril, kan en 70 vekt%-ig saltoppløsning fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte anvendes direkte uten videre rensning eller behandling. En 70 vekt%-ig saltoppløsning er omtrent den konsentrasjon som trenges for elektrohydrodimeriseringsprosessen.

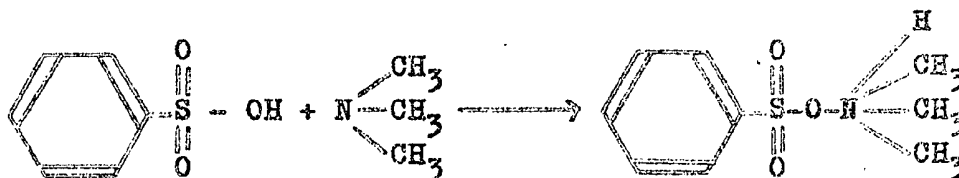
Ved lave vanninnhold ville reaksjonen ifølge oppfinnelsen fremdeles finne sted. For at reaksjonen imidlertid skal foregå effektivt, må der være nok vann tilstede for dannelsen av en mettet eller umettet oppløsning. På den annen side bevirker for meget vann dannelsen av forurensninger. Som ovenfor anført hydrolyseres alkylbenzensulfonater. F. eks.:



og når et amin, som



er tilstede, finner følgende reaksjon sted:



Etersom vanninnholdet øker finner ovenstående reaksjon sted i uønsket grad. Ved foreliggende fremgangsmåte anvendes en konsentrasjon av trialkylamin i vann på 20–50 vekt% av oppløsningen. Den konsentrasjon som anvendes i hvert tilfelle, er avhengig av den forurensningsmengde som kan godtas i det endelige reaksjonsprodukt, og på mengden av salt som ønskes i produktoppløsningen.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan anvendes ved såvel kontinuerlig som charge-drift. Ved en kontinuerlig prosess kan amin og vann bringes i kontakt i et absorberingsapparat, og den dannede vandige aminoppløsning bringes i kontakt med en utvalgt ester i en reaktor for fremstilling av saltet. Saltproduktet blir så matet til en fordamper for å fjerne overskudd av amin som føres tilbake til amin-absorberingsapparatet. Modifikasjoner av den kontinuerlige fremgangsmåte såsom kontinuerlig fjernelse og recyklering av amin i et reaksjonsapparat, kan gjøres. Oppfinnelsen er ytterligere illustrert ved følgende eksempler.

Eksempel 1.

En 29,6 % vandig oppløsning av trimethylamin ble fremstilt ved å tilsette 325 g (5,50 mol) trimethylamin til 771 g vann. Til denne vandige aminoppløsning ble 861 g (5,0 mol) methylbensulfonat tilsatt under konstant omrøring i løpet av 3,3 timer. Den vandige aminoppløsning ga et 10 molar% overskudd av trimethylamin. Under tilsetningen av methylbensulfonatet til den vandige aminoppløsning, ble temperaturen av aminoppløsningen holdt ved 20° C ved hjelp av et isbad.

Efter tilsetningen av methylbensulfonatet ble den dannede vandige oppløsning oppvarmet ved en tilbaketemperatur på ca. 107° C for å drive av overskudd eller ureagert amin. Den gjenværende saltoppløsning inneholdt 1156 g tetramethylammoniumbenzensulfonat svarende til en konsentrasjon på 58,7 % og et reaksjonsutbytte på 99,8 %. Bare 0,08 % trimethylammoniumbenzensulfonat, regnet på tørrstoff, var tilstede i produktet som forurensning.

En prøve av det således fremstilte tetramethylammoniumbenzensulfonat ble utvunnet fra den vandige oppløsning ved fordampning av vannet under nedsatt trykk i en «flash»-fordamper. Denne saltprøve viste seg å ha et smeltepunkt mellom 209,0 og 210,2° C, sammenlignet med 212° C til 213° C for en standard prøve av tetramethylammoniumbenzensulfonat.

Eksempel 2.

En vandig oppløsning inneholdende 29,6 % trimethylamin ble fremstilt som i eksempel 1, og til denne oppløsning ble tilsatt 861 g (5,0 mol) methylbensulfonat under stadig omrøring i løpet av 1,1 timer. Den vandige aminoppløsning ga et 10 molar% overskudd av trimethylamin. Temperaturen på oppløsningen ble holdt ved ca. 30° C under tilsetningen av methylbensulfonatet til den vandige aminoppløsning. Etter tilsetningen av methylbensulfonatet ble den dannede oppløsning omrørt i ytterligere 30 minutter og derpå oppvarmet ved en tilbakeføls-temperatur på ca. 108° C for å drive av overskudd eller ureagert amin. Den gjenværende vandige saltoppløsning viste seg å inneholde 1155 g tetramethylammoniumbenzensulfonat svarende til en konsentrasjon på 59,9 % og et utbytte på 99,8 %. Det således dannede salt inneholdt 0,10 % trimethylammoniumbenzensulfonat målt på tørr basis.

Eksempel 3.

En vandig oppløsning med en konsentrasjon på 37,9 % triethylamin ble fremstilt ved å sette 445 g (4,40 mol) 99,9 % rent triethylamin til 729 g vann. Til denne vandige oppløsning ble tilsatt 689 g (4,00 mol) methylbensulfonat under stadig omrøring av oppløsningen i løpet av 20 minutter. Den vandige aminoppløsning hadde et 10 molar% overskudd av triethylamin. Temperaturen av den vandige oppløsning ble holdt ved ca. 60° C under tilsetningen av sulfonatet, og oppløsningen ble omrørt i 15 minutter etter avslutningen av sulfonattilsetningen. Overskudd eller ureagert triethylamin ble fjernet fra den dannede oppløsning ved destillasjon som en azeotrop blanding med vann, og derpå ble ytterligere vann tilsatt til den gjenværende vandige saltoppløsning for å erstatte det vann som ble fjernet under destillasjonen. Den gjenværende vandige oppløsning inneholdt 1100 g methyltriethylammoniumbenzensulfonat, hvilket svarte

til en 62,06 % saltkonsentrasjon og et utbytte på 96,8 %. Det således fremstilte salt inneholdt 3,82 % forurensninger beregnet som triethylammoniumbenzensulfonat, målt på tørr basis.

Eksempel 4.

En vandig oppløsning med en konsentrasjon på 31,5 % trimethylamin ble fremstilt ved tilsetning av 2254 g (38,14 mol) trimethylamin til 4907 g vann. Methyltoluensulfonat i en mengde av 5587 g (30,0 mol) ble tilsatt til den fremstilte, vandige aminoppløsning under stadig omrøring i løpet av 45 minutter. Den vandige aminoppløsning ga et 27,1 % molart overskudd av trimethylamin. Temperaturen av den vandige oppløsning ble holdt på ca. 20° C under tilsetningen av methyltoluensulfonatet, og etter tilsetningen av sulfonatet ble den dannede oppløsning oppvarmet ved en tilbakeføls-temperatur på ca. 108° C for å drive av overskudd eller ureagert trimethylamin. Den gjenværende vandige oppløsning inneholdt 7284 g tetramethylammoniumtoluensulfonat, hvilket svarte til en vandig oppløsningskonsentrasjon på 60,1 % og et reaksjonsutbytte på 98,8 %. Tetramethylammoniumtoluensulfonatsaltet inneholdt 0,14 % trimethylammoniumtoluensulfonat-forurensning, målt på tørr basis.

Eksempel 5.

En vandig oppløsning av trimethylamin med en konsentrasjon på ca. 30 % ble erholdt ved å oppløse trimethylamingass i kaldt vann. En rekke forsøk ble utført hvori et målt overskudd av vandig trimethylaminoppløsning ble innført i en 300 mm reaktor forsynt med magnetisk rører, et oppløsningsdekket termoelement og kjølespiraler. I hvert forsøk ble ca. 100 g methyltoluensulfonat tilsatt hurtig til aminoppløsningen i reaktoren i løpet av 4–5 minutter mens oppløsningen i reaktoren ble omrørt. Temperaturen på oppløsningen i reaktoren ble regulert nøyaktig ved en rekke valgte temperaturer ved å regulere strømmen av kjølevann gjennom kjølespiralene. I hvert av forsøkene ble den valgte arbeidstemperatur ved forsøket opprettholdt i en periode på 15 minutter under omrøring etter tilsetningen av ester, og derpå ble oppløsningen i reaktoren kjølt hurtig til 25° C og analysert. Resultatet av fire forsøk utført på denne måte er vist i tabell 1 nedenfor, hvor trimethylamin er forkortet som TMA, og trimethylammoniumtoluensulfonat er forkortet som forurensning.

Tabell I.

Forsøk	Molart overskudd TMA, %	Reaksjonstemp. ° C	Reaksjonstrykk	% forurensning
1	10	30	Atmosfærisk	0,03
2	10	40	»	0,03
3	20	30	»	0,03
4	20	40	»	0,04

Som det klart fremgår av tabell 1 hadde tetramethylammoniumtoluensulfonatsalt fremstilt ved 30° C og 40° C med såvel et 10 %-ig som 20 %-ig overskudd av trimethylamin praktisk talt samme mengder av forurensningen, trimethylammoniumtoluensulfonatsalt.

Eksempel 6.

Fire forsøk, to hvori methyltoluensulfonat og to hvori methylbensensulfonat ble omsatt med trimethylamin, ble utført ifølge fremgangs-

måten og apparatet i eksempel 5, unntatt at reaksjonstemperaturen ble holdt ved 60° C, og det autogene trykk var maksimalt 2,11 kg/cm² overtrykk. Resultatene av disse fire forsøk er vist i tabell II. I forsøk 1 og 2 nedenfor var esteren som ble omsatt med trimethylamin (TMA) i tabell II, methyltoluensulfonat, og forurensningen som ble målt, var trimethylammoniumtoluensulfonat. I forsøkene 3 og 4 var esteren som ble omsatt med TMA methylbensensulfonat, og den målte forurensning var trimethylammoniumbensensulfonat.

Forsøk	Molart overskudd TMA, %	Reaksjonstemp. ° C	Reaksjonstrykk	% forurensning
1	10	60	2,04	0,06
2	30	60	2,11	0,06
3	10	60	2,04	0,08
4	30	60	2,04	0,08

Som det klart fremgår av tabell I og II har øket trykk, øket temperatur og øket overskudd av trimethylamin praktisk talt ingen innflytelse på renheten av tetramethylammoniumtoluensulfonat- og tetramethylammoniumbensensulfonatsaltene fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte. Saltene hadde en renhet over 99,9 % i alle tilfeller.

Eksempel 7.

En vandig oppløsning med en konsentrasjon på 34,5 % triethylamin ble fremstilt ved tilsetning av 212 g (2,09 mol) triethylamin til 402 g vann. Ethyl-p-toluensulfonat i en mengde av 393 g (1,96 mol) ble tilsatt til den vandige aminoppløsning under stadig omrøring i løpet av 20 minutter. Den vandige aminoppløsning ga et 6,6 % molart overskudd av triethylamin. Temperaturen av den vandige oppløsning ble holdt ved 25–28° C under tilsetningen av ethyl-p-toluensulfonatet. Etter avslutningen av tilsetningen av ethyl-p-toluensulfonatet til den vandige oppløsning av triethylamin, ble oppløsningen oppvarmet i tre timer ved 75–85° C. Først var to faser tilstede. Etter en time var der bare en fase tilbakke. Ureagert triethylamin ble fjernet ved destillasjon som en azeotrop blanding med vann. Vann ble så tilsatt for å erstatte det som var fjernet ved destillasjon. Den gjenværende, vandige oppløsning hadde en konsentrasjon på 59,70 % og inneholdt 598,6 g salt. Tetraethylammonium-p-toluensulfonat ble erholdt som en vandig oppløsning som inneholdt 12,8 % triethylammonium-p-toluensulfonat på en tørr saltbasis. Et slikt høyt innhold av forurensninger kunne muligens tilskrives et utilstrekkelig overskudd av triethylamin.

Eksempel 8.

Til en suspensjon bestående av 50,0 g vann og 231,6 g (1,25 mol) tributylamin ble tilsatt

under konstant omrøring 172,2 g (1,0 mol) methylbensensulfonat i løpet av 5 minutter. Temperaturen ble holdt ved 95° C. Oppløsningen ble omrørt i ytterligere 1,5 timer mens temperaturen i denne tid ble holdt mellom 90 og 95° C. Oppløsningen ble overført til en skilletrakt, skiktene ble adskilt og overskudd av uomsatt amin gjenfunnet. Vekten av det nedre skikt var 403 g mens det øvre veiet 44 g. Den vandige saltoppløsning ble oppvarmet på en flash-fordamper ved 90° C og 20 mm, og oppløsningen inndampet til tørrhet. Vekten av det tørre salt viste seg å være 352,5 g. Vann ble så tilsatt og eventuelt gjenværende amin utvunnet som en azeotrop med vann. Ytterligere vann ble tilsatt for å fremstille en oppløsning med 60,0 % saltkonsentrasjon. Den dannede oppløsning viste seg å inneholde 247,6 g tributylmethylammoniumbensensulfonat, hvilket svarte til et utbytte på 69,2 %. Det således fremstilte salt inneholdt 27,4 g tributylammoniumbensensulfonat, beregnet på vekten av tørt salt.

En prøve av materialet som var inndampet til tørrhet, hadde et stivnepunkt på ca. 52° C.

Eksempel 9.

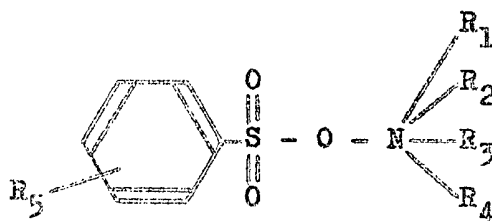
Til en suspensjon bestående av 238,4 g vann og 203,8 g (1,1 mol) tributylamin ble tilsatt under konstant omrøring 172,2 g (1,0 mol) methylbensensulfonat i løpet av 5–6 minutter. Temperaturen steg til 37° C. Oppløsningen ble ytterligere omrørt i 1,5 timer, i løpet av hvilken tid temperaturen steg til 55° C. Oppløsningen ble overført til en skilletrakt og overskudd av amin fjernet ved dekantering. Det gjenværende, eller uomsatte tributylamin ble fjernet som en azeotrop med vann. Vann ble så tilsatt for å danne en oppløsning med 60,0 % saltkonsentrasjon. Den dannede oppløsning viste seg å inneholde 259,5 g tributylmethylammoniumbensensulfonat, hvilket svarte til et utbytte på 72,6 %. Det således frem-

stille salt inneholdt 26,2 % tributylammoniumbenzensulfonat, beregnet på vekten av det tørre salt.

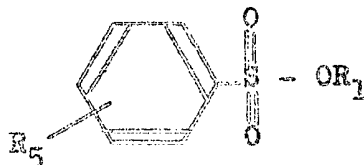
Fremgangsmåten ved fremstilling av vandige oppløsninger av tetraalkylammoniumsalter ifølge oppfinnelsen har en rekke fordeler. Reaksjonen mellom et ønsket trialkylamin og en benzensulfonsyrealkylester foregår i vandig oppløsning med en reaksjonshastighet som er meget hurtigere enn noen reaksjonshastighet som tidligere er erholdt når saltene ble fremstilt i organisk oppløsning. Utbyttet av det ønskede salt er vanligvis meget høyt. Anvendelsen av vann som reaksjonsmedium eliminerer prosessvanskeligheter, som krystallisasjon av saltproduktet fra oppløsning, hvilket inntreffer når kjente fremgangsmåter under anvendelse av organiske oppløsningsmidler som reaksjonsmedium anvendes. Anvendelsen av vann tillater dessuten anvendelsen av lavere reaksjonstemperaturer. Det høye utbyttet av reaksjonsprodukt gjør rensing, krystallisasjon eller recyklering av saltproduktet overflødig, og forbedringen i økonomien i foreliggende fremgangsmåte er åpenbar ved eliminasjon av slike trinn. Anvendelsen av vann istedenfor organiske materialer og enkle og billige måter for å gjenvinne overskudd av amin som kan anvendes på ny uten videre rensing ved foreliggende fremgangsmåte, er åpenbare fordeler ved fremgangsmåten. Vandige tetraalkylammoniumbenzensulfonatoppløsninger fremstilt ved foreliggende fremgangsmåte kan dessuten anvendes direkte som vandige elektrolytter i organiske elektrokjemiske reaksjoner uten ytterligere rensing eller behandling.

Patentkrav:

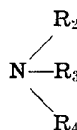
1. Fremgangsmåte ved fremstilling av tetraalkylammoniumsalter av benzen-sulfonsyrer av den generelle formel I:



hvor R_1 , R_2 , R_3 og R_4 er alkylradikaler med 1—5 carbonatomer, R_5 er hydrogen eller methyl, ved hvilken fremgangsmåte en forbindelse med formelen II:



hvor R_1 og R_5 er som ovenfor angitt, omsettes med et trialkylamin med formelen III:



hvor R_2 , R_3 og R_4 er som ovenfor angitt, under dannelse av en oppløsning av tetraalkylammoniumsaltet av en benzensulfonsyre av formel I, og saltoppløsningen føres til en sone med fordampende betingelser, hvorved ureagert trialkylamin fjernes, karakterisert ved at reaksjonen utføres i vann inneholdende 20—50 vekt% trialkylamin i form av en oppløsning eller blanding, idet der anvendes et overskudd av trialkylamin.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, karakterisert ved at der anvendes et molart overskudd av trialkylamin som er større enn 5 %.

Anførte publikasjoner: