



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 826

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 03 82
(21) PV 1928-82

(51) Int. Cl.³ C 07 C 69/40

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 09 85

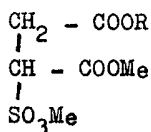
(75) PETERKA VLASTIMIL ing. CSc., ROZTOKY,
Autor vynálezu HAUMER JAROSLAV ing.,
KEPL JIŘÍ, RAKOVNÍK

(54) Způsob přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové

1

Vynález se týká způsobu přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové, zejména esterifikací kyseliny maleinové, popřípadě jejího anhydridu a následnou sulfitací vzniklého mezi-
produktu.

Tenzidy na bázi esterů kyseliny sulfojantarové obecného vzorce



kde Me je alkalický kov, amonium nebo amin

R je zbytek mastného alkoholu, etoxylovaného mastného alkoholu, alkanolamidu mastné kyseliny, etoxylovaného alkanolamidu mastné kyseliny nebo etoxylovaného alkylfeno-
lu

představují významnou skupinu povrchově aktivních látek, používaných průmyslově jako smáče-
del a přísad do detergentů. Při jejich přípravě se vychází z esterů kyseliny maleinové, které se sulfitují roztokem vhodného sulfitacího činidla, např. siřičitanu, hydrosiřiči-
tanu, pyrosiřičitanu nebo i kysličníku siřičitého. Pro zvýšení mísitelnosti esteru maleino-
vé kyseliny s nasyceným roztokem sulfitacího činidla se přidává anorganické rozpouštědlo a k urychlení reakce lze použít alkalických katalyzátorů.

Podle počtu vázaných esterových skupin mohou vznikat mono- a diestery kyseliny malei-

nové. Monoestery se nejčastěji připravují z vyšších mastných alkoholů nebo jejich ethyle-oxydovaných derivátů a alkanolamidů mastných kyselin.

Až dosud známý způsob přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové je dvoustupňová syntéza, při které v prvním stupni reaguje obvykle maleinanhydrid s hydrofobem, zakončeným hydroxylovou skupinou, za vzniku esteru. Tato reakce se provádí v reaktoru za teploty 80 až 110 °C podle druhu esteru a reakčních podmínek; je endotermická a vyžaduje ohřev nejen k vlastnímu průběhu, ale i proto, že vzniklý meziprodukt musí být udržován v roztaveném stavu, aby se mohl přečerpávat do druhého reaktoru, ve kterém probíhá druhý stupeň, tj. sulfitace, což je adice bisulfitu na dvojnou vazbu esterového meziproduktu. Provádí se ve druhém reaktoru a to připouštěním roztaveného monoesteru, připraveného v prvním reaktoru, do vodného roztoku sulfitačního činidla. Reakce je exotermní a vyžaduje neustálého chlazení.

Popsaná technologie vykazuje určité nevýhody: Proces se musí provádět ve dvou reaktorech; přitom v prvním stupni je nutno reakční směs zahřívat, kdežto ve druhém stupni je naopak nutno intenzivně chladit. Dále pak udržování monoesteru v roztaveném stavu ať při přečerpávání z jednoho reaktoru do druhého, nebo při postupné sulfitaci vede k tvorbě vedlejších produktů a tím ke snižování výtěžku. Není-li ve druhém stupni při sulfitaci reakční směs dostatečně chlazená, dochází k prudké reakci, která má za následek přepěnění směsi v reaktoru.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že po ukončené esterifikaci se ke vzniklému roztavenému esteru přidává v tom samém reaktoru sulfitační činidlo v pevné formě a průběh sulfitace se reguluje postupným přidáváním vody do reaktoru. Hlavní výhoda způsobu přípravy solí monoesterů kyseliny sulfojantarové podle vynálezu je v tom, že teplo, které je až dosud nutno v druhém stupni procesu odvádět chlazením, se využije k rozpouštění sulfitačního činidla ve vodě na sulfitační roztok. Spotřeba tepla je přitom tak velká, že stačí spotřebovat nejen reakční teplo sulfitace, ale i teplo dodané ve formě roztaveného esteru. Průběh reakce, který závisí na množství sulfitačního roztoku, se reguluje přidáváním vody a tím i rozpouštěním pevného sulfitačního činidla na sulfitační roztok, který teprve vstupuje do reakce; pevné sulfitační činidlo se reakce neúčastní. Další výhodou způsobu podle vynálezu je to, že celý postup se provádí v jediném reaktoru bez přečerpávání. Tím se podstatně zjednodušuje potřebné zařízení.

Způsob vynálezu blíže osvětlí následující příklady praktického provedení.

Příklad 1

K tavenině 1 molu alkylmonoestermaleátu průměrné molekulové hmotnosti 276 o teplotě 100 °C, připraveného v tříhrdlé sulfonační baňce byl za stálého míchání přisypán 1 mol Na_2SO_3 a postupně přilito 40 molů vody. Vzniklá směs o teplotě 105 °C zreagovala během 1 hodiny na alkylmonoestersulfojantaran dvojsodný. Získaný produkt je dobře rozpustný ve vodě, za studena pastovitý, obsahuje 30 % aktivní látky.

Příklad 2

K tavenině lauryltrietoxymonoestermaleátu o teplotě 90 °C bylo přisypáno 1,0 molu Na_2SO_3

a postupně přililo 30 molů vody. Vzniklá směs teploty 50 °C zreagovala během 2 hodin při teplotě 70 °C na lauryltrietoxymonoestersulfojantaran dvojsodný za dvě hodiny. Připravený produkt je čirý, žlutý až nahnědlý viskozní roztok, dobře rozpustný ve vodě; obsahuje 48 % aktivní látky.

Příklad 3

K tavenině 1 molu laurylmonoetanolamidmonoestermaleátu teploty 50 °C bylo přisypáno 1,0 molu Na_2CO_3 a přilita voda. Vzniklá směs teploty 40 °C zreagovala za 1,5 hodiny při teplotě 60 °C na laurylmonoetanolamidmonoestersulfojantaran dvojsodný. Produkt je čirý, žlutý až nahnědlý viskozní roztok, dobře rozpustný ve vodě, s obsahem 38 % aktivní látky.

Příklad 4

K tavenině 1 mol kokosamidoheptaetoxymonoestermaleátu teploty 65 °C bylo přisypáno 1,05 molu Na_2SO_3 a postupně přililo 62 molů vody. Vzniklá směs teploty 40 °C během 2 hodin zreagovala při teplotě 70 °C kokosamidoheptaetoxymonoestersulfojantaran dvojsodný. Získaný produkt je žlutý až nahnědlý slabě viskozní roztok, obsahující 35 % aktivní látky.

Při provádění těchto příkladů provedení způsobu přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové jsme v žádném případě nezjistili žádného pění reakční směsi nebo produktů, oproti tomu, jak se často stávalo při provádění až dosud známého způsobu přípravy uvedených monoesterů.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy monoesterů kyseliny sulfojantarové esterifikací kyseliny maleinové, případně jejího anhydridu s hydrofobem, zakončeným hydroxylovou skupinou a následnou sulfitací vzniklého meziproduktu sulfitačním činidlem, vyznačený tím, že po ukončené esterifikaci se ke vzniklému roztavenému esteru přidává sulfitační činidlo v pevné formě a průběh sulfitace se reguluje postupným přidáváním vody.