



Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Kl. 12 o, 23/03

Zgłoszono: 12.VI.1967 (P 121 094)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

MKP C 07 c, 143/70

Opublikowano: 4.XI.1971

UKD

Współtwórcy wynalazku: Roman Budzowski, Marian Kobusiński

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy, Bydgoszcz (Polska)

### Sposób wydzielania technicznego benzenosulfochloroku z mieszaniny poreakcyjnej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania benzenosulfochloroku z mieszaniny poreakcyjnej otrzymanej w wyniku chlorosulfonowania benzenu kwasem chlorosulfonowym w temperaturze około 0°C. Dotychczas wydzielanie benzenosulfochloroku prowadzi się przez wylanie mieszaniny poreakcyjnej do wody albo na lód i następnie ekstrakcję benzenosulfochloroku czterochlorkiem węgla, przy czym ze względu na wydzielanie się dużych ilości ciepła podczas rozcieńczania sulfochloroku należy stosować intensywne chłodzenie mieszaniny, najczęściej za pomocą lodu.

Niedogodnością tego sposobu jest ponadto długotrwałe rozdzielanie się mas warstwy benzenosulfochloroku od fazy wodnej spowodowane niewielką różnicą gęstości faz składowych mieszaniny (gęstość benzenosulfochloroku — 1,36 g/ml, a gęstość roztworu wodnego 1,25 g/ml). Wysoka kwasowość rozdzielanego produktu powoduje konieczność kilkakrotnego przemywania go wodą i zobojętniania resztek kwasów sodą. Inną niedogodnością tego sposobu jest jego periodyczny przebieg. Całą masę wlewa się do wody lub na lód i czeka na rozwarstwienie, następnie kolejno spuszcza się poszczególne fazy do odbieralników.

Niedogodności te usuwa sposób według wynalazku, który opiera się na metodzie ciągłej wydzielania sulfochloroku z mieszaniny poreakcyjnej.

Sposobem według wynalazku mieszaninę poreakcyjną w sulfonatorze zadaje się najpierw teoretycznie potrzebną ilością wody w celu rozłożenia nadmiaru kwasu chlorosulfonowego i uwolnienia jej od chlorowodoru, po

2

czym kieruje ją do mieszacza dyszowego, do którego równocześnie doprowadzona jest woda poprzez regulowany termostatycznie zawór. Mieszaninę poreakcyjną miesza się z taką ilością wody o temperaturze niższej od 15°C, a najkorzystniej o temperaturze 10°C, aby temperatura mieszaniny wodnej nie przekraczała 25°C.

Temperatura w dyszy oraz aparacie powinna wynosić 10—25°C. Temperatura wyższa od 25°C stwarza możliwość hydrolizy benzenosulfochloroku, temperatura poniżej 10°C może spowodować jego krzepnięcie. W mieszaczu dyszowym zachodzi w sposób ciągły i przy regulowanej prędkości przepływu proces wymywania wodą kwasów i zanieczyszczeń z mieszaniny. Mieszaninę poreakcyjną wymieszaną z wodą w mieszaczu dyszowym kieruje się następnie do rozdzielacza, w którym następuje rozwarstwienie na dolną fazę benzenosulfochloroku i górną wodną. Benzenosulfochlorok odprowadza się przewodem syfonowym do zbiornika magazynowego, zaś wodny roztwór kwasu o temperaturze nie wyższej od 25°C zawierający 4,8—10,9% kwasu siarkowego, około 1% kwasu benzenosulfonowego, śladowe ilości kwasu solnego, benzenosulfochloroku oraz dwufenylosulfonu odprowadza się do kanału.

Sposób według wynalazku można przeprowadzić w urządzeniu pokazanym schematycznie na rysunku. Ze zbiornika 1 mieszaninę poreakcyjną uwolnioną od chlorowodoru kieruje się do mieszacza dyszowego 2, do którego doprowadza się równocześnie wodę przewodem 5, poprzez zawór regulowany termostatycznie. Tak

uzyskana mieszanina sływa do rozdzielacza 4 w którym następuje jej rozwarstwienie.

Warstwę dolną, którą stanowi benzenosulfochlorek odprowadza się poprzez przewód syfonowy 6 do zbiornika 7, zaś fazę wodną odprowadza się przewodem przelewowym 8. Rozdzielacz 4 oraz przewód syfonowy 6 są odpowietrzone przewodem 3, który jednocześnie zabezpiecza przed zasyfonowaniem całej zawartości rozdzielacza 4. Mieszacz dyszowy składa się z dyszy wykonanej z karitu umieszczonej współśrodkowo w płaszczu do którego nad wylotem dyszy doprowadza się zimną wodę. W miejscu doprowadzenia wody nakręcony jest na płaszcz zewnętrzny ustnik umożliwiający regulację ilości wody kierowanej do mieszacza. Płaszcz zewnętrzny wykonany jest w postaci pionowej rury, która sięga znacznie poniżej poziomu wylotu dyszy i dzięki temu nie dopuszcza do uciekania drobnych kropeł benzenosulfochloru z warstwą wodną wypływającą przelewem z aparatu.

W sposobie według wynalazku zdolność przerobowa

aparatury jest bardzo wysoka przy czym konstrukcja urządzenia jest bardzo prosta.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielenia technicznego benzenosulfochloru z mieszaniny poreakcyjnej, otrzymanej działaniem kwasu chlorosulfonowego na benzen przez mieszanie jej z wodą, **znamienny tym**, że mieszaninę poreakcyjną po rozłożeniu kwasu chlorosulfonowego za pomocą teoretycznie potrzebnej ilości wody, miesza się w sposób ciągły w mieszaczu dyszowym z taką ilością wody, doprowadzonej z regulowaną szybkością przepływu i o temperaturze niższej od 15°C, korzystnie o temperaturze 10°C, ażeby temperatura mieszaniny opuszczającej mieszacz nie przekraczała 25°C, po czym kieruje mieszaninę do rozdzielacza, z którego w sposób ciągły odprowadza się przelewem fazę wodną, stanowiącą warstwę górną, a przewodem syfonowym benzenosulfochlorek gromadzący się w warstwie dolnej.

