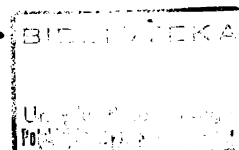


16 lutego 1932 r.

CO7c 139700

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15258.

Kl. 12 o 23.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób sulfonowania gazowym bezwodnikiem kwasu siarkowego.

Patent dodatkowy do patentu Nr 8883.

Zgłoszono 3 lipca 1929 r.

Udzielono 10 grudnia 1931 r.

Pierwszeństwo: 6 lipca 1928 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 7 maja 1943 r.

W głównym patencie opisany jest sposób wytwarzania kwasów sulfonowych węglowodorów niearomatycznych i ich pochodnych, zawierających więcej aniżeli 8 atomów węgla, tem znamienny, że tego rodzaju węglowodory i ich pochodne traktuje się mocnymi środkami sulfonującymi w takich warunkach, iż do cząsteczek kwasu tłuszczowego zostają wprowadzone grupy sulfonowe, związane z węglem. Jako środek sulfonujący wymieniony jest, między innymi, także bezwodnik kwasu siarkowego.

Wynalazek niniejszy dotyczy specjalnego sposobu sulfonowania. Sposób polega na tem, że tego rodzaju węglowodory i ich po-

chodne traktuje się, mieszając i dobrze chłodząc, trójtlenkiem siarki w postaci gazowej, najlepiej w obecności rozpuszczalnika organicznego.

Niniejszy sposób jest technicznie łatwy do wykonania i umożliwia odmierzenie wchodzącej w reakcję ilości trójtlenku siarki tak dokładnie, że można osiągnąć każdy pożądaný stopień sulfonowania. Jako ciała wyjściowe należy przedewszystkiem wymienić nienasycone kwasy tłuszczowe, względnie tłuszczowe oksykwasy. Jako organiczne środki do rozcieńczania nadają się benzen, czterochlorek węgla, sześciochloroetan (C_2Cl_6), a przedewszystkiem trójchlo-

roetylen. Pary trójtlenku siarki wprowadza się do roztworu wraz ze strumieniem obojętnego gazu suchego, jak powietrze lub azot, które są nasycone parą trójtlenku siarki. Intensywność, z jaką następuje pochłanianie par trójtlenku siarki przez roztwór kwasu oksytluszczowego, jest tak wielka, że wystarcza przepuszczanie gazu nad roztworem, będącym w ruchu przez mieszanie, aby wywołać dostatecznie szybkie i zupełne pochłanianie.

Sulfonowanie zapomocą trójtlenku siarki ma tę dużą przewagę nad sulfonowaniem stężonym kwasem siarkowym, że zużywa się tylko wymaganą ilość trójtlenku siarki, podczas gdy przy stosowaniu stężonego lub dymiącego kwasu siarkowego wprowadza się do masy reakcyjnej znaczny nadmiar H_2SO_4 .

Dużą zaletę niniejszego sposobu stanowi fakt, że na skutek obecności stosunkowo małego nadmiaru kwasu siarkowego potrzeba do dalszej przeróbki mniej ługu sodowego do zobojętnienia i znacznie krótszego wymywania kwasu siarkowego.

Produkty, otrzymane podług niniejszego sposobu, są przy przeróbce nienasyconych kwasów tłuszczowych lub oksytluszczowych, jako ciał wyjściowych, identyczne z produktami, opisanymi w patentach francuskich Nr 645221 i 660023, odznaczającymi się specjalnie cennymi właściwościami, przede wszystkim nadzwyczajną odpornością na kwasy i wapno. Jedynie w przypadku stosowania kwasów oksytluszczowych, jako produktów wyjściowych, dla osiągnięcia tych produktów potrzebne są większe ilości pary trójtlenku siarki od wymaganych dla zestryfikowania grupy hydroksylowej.

Niekiedy korzystnie jest stosować kwasy oksytluszczowe, w których grupa hydroksylowa zestryfikowana już została poprzednio, np. zapomocą jednowodzianu kwasu siarkowego lub kwasu chlorosulfonowego.

Sposób ten nadaje się nie tylko do wprowadzenia grup kwasu sulfonowego do węglowodorów niearomatycznych, lecz także do każdego innego procesu sulfonowania. Jeżeli działa się, np., tylko taką ilością trójtlenku siarki, która wywołuje estryfikację grup tylko hydroksylowych w kwasach oksytluszczowych, to otrzymuje się produkty, które odpowiadają właściwościami produktom sulfonowanego oleju rycynowego, znajdującym się w handlu.

Przykład I. 100 kg oleju rycynowego miesza się z 300 kg czterochloru węgla. Po ochłodzeniu do -10° przepuszcza się 46 kg trójtlenku siarki w postaci pary ponad mieszanym i będącym w ciągłym ruchu roztworem, w -10° do -3° , w takim stopniu, na jaki pozwala pochłanianie par trójtlenku siarki w granicach podanych temperatur. Po ukończeniu sulfonowania gęstą masę miesza się z małą ilością lodu i w temperaturze 0° do 3° zobojętnia ługiem sodowym, względnie roztworem sody, aż do pożądanej granicy. Po oddzieleniu od roztworu soli oddestylowuje się czterochlorek węgla w próżni. Otrzymany zabarwiony na brązowo olej odpowiada właściwościami swemu produktowi, otrzymanemu podług sposobu z przykładu II francuskiego patentu Nr 660023.

Przykład II. Nad roztworem 100 kg oleju rycynowego w 150 kg trójtchloroetyleny, który utrzymuje się w temperaturze -10° do -3° , przepuszcza się wolny strumień trójtlenku siarki, dopóki olej nie pochłonie 60 kg SO_2 , dodaje się masę reakcyjną do małej ilości lodu i oddestylowuje, po zobojętnieniu, trójtchloroetylen w próżni przy 0° do 3° . Otrzymany produkt posiada jeszcze cenniejsze własności, aniżeli produkt z przykładu I.

Przykład III. Do roztworu 100 kg oleju rycynowego w 300 kg czterochloru węgla wpuszcza się wolno przy 30° — 40° 30 kg jednowodzianu kwasu siarkowego, ochładza do -10° i dodaje przy -10° do -3°

55 kg trójtlenku siarki, przeprowadzając go przez ogrzanie ze stałego stanu w specjalnym kotle w postać gazu, i przepuszcza łagodnym strumieniem nad powierzchnią produktu częściowo już sulfonowanego. Po ukończeniu sulfonowania miesza się masę reakcyjną z małą ilością lodu, ewentualnie oddziela od kwaśnego wodnego roztworu, i roztwór czterochloru węgla zobojętnia ługiem sodowym, a w końcu roztworem sody. Czterochlorek węgla oddestylowuje się w próżni. Otrzymany produkt posiada podobne własności, jak produkty, otrzymane podług sposobu patentu francuskiego Nr 660023.

Przykład IV. 100 kg kwasu rycynowego rozpuszcza się w 125 kg tróichloroetyleny i sulfonuje częściowo 30 kg jednowodzianu kwasu siarkowego przy 30° — 40° . Następnie stopniowo dodaje się do masy reakcyjnej przy -10° do -3° 47 kg trójtlenku siarki w postaci gazu. Dalsza przeróbka następuje tak, jak podano powyżej. Otrzymany produkt może być przez dalsze odparowanie odpowiednio stężony i odpowiada

własnościami produktom z francuskiego patentu Nr 660023.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób sulfonowania węglowodorów alifatycznych lub hydro-aromatycznych lub ich pochodnych o wielkiej cząsteczce, t. j. zawierających więcej niż 8 atomów węgla w cząsteczce, według patentu Nr 8883 za pomocą bezwodnika kwasu siarkowego, w obecności organicznego rozpuszczalnika, znamienny tem, że bezwodnik kwasu siarkowego w ilości, wymaganej do zestryfikowania grup hydroksylowych nienasyconych kwasów oksytluszczowych, służących jako ciała wyjściowe, przeprowadza się w stanie gazowym ponad mieszanym materiałem wyjściowym, ochłodzonym do temperatury w granicach -10° do -3°C .

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.