

Warszawa, 10 kwietnia 1933 r.

2

CO7c 143/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 17888.

Kl. 12 o 23.

H. Th. Böhme Aktiengesellschaft
(Chemnitz, Niemcy).

Sposób wytwarzania stałych soli wyższych kwasów alkylosiarkowych.

Zgłoszono 28 lipca 1930 r.

Udzielono 25 stycznia 1933 r.

Pierwszeństwo: 22 sierpnia 1929 r. (Niemcy).

Już niejednokrotnie próbowano otrzymywać w czystym stanie stałe sole wyższych kwasów alkylosiarkowych. Przedmiotem tych badań były zwłaszcza pochodne wyższych kwasów tłuszczowych, jak np. tak zwanego kwasu rycynosiarkowego, który, jak wiadomo, tworzy jeden z najważniejszych składników oleju tureckiego. W tych badaniach zobojetnianie otrzymywanych przez sulfonowanie oleju rycynowego w zwykły sposób związków kwasu tłuszczowosiarkowego przeprowadzano zawsze przez dodanie wodnych roztworów alkaliów, przyczem wydzielały się sole, jednakże zawsze w postaci oleistej, ciągliwej masy, która opierała się wszelkim próbom dalszego rozkładu i czyszczenia.

Próbowano również zobojetniać alkoholowym ługiem sodowym i w ten sposób udało się po raz pierwszy otrzymać w czystym stanie sól sodową kwasu rycynosiarkowego. Jednakże i ta metoda otrzymywania nie nadaje się do użytku w szerszym zakresie, gdyż produkt łatwo ciemnieje i ulega zżywiczeniu; również oddzielanie soli od wypadającej w galaretowatej postaci soli glauberskiej, jak również otrzymywanie większych ilości czystej soli sodowej następuje wiele trudności.

Wynaleziono sposób, nadający się do przerobu wyższych kwasów alkylosiarkowych, o więcej niż 9 atomach węglowych, który pozwala otrzymywać czyste i stałe sole kwasów alkylosiarkowych, zwłaszcza

zas ich solę metali alkalicznych. Sposób ten dotyczy zwłaszcza pochodnych kwasu siarkowego nienasyconych węglowodorów, alkoholi, kwasów tłuszczowych, estrów kwasów tłuszczowych, amidów kwasów tłuszczowych i analogicznych związków, a więc naogół związków kwasu siarkowego tych alifatycznych połączeń, które pod wpływem środków sulfonujących, takich jak bezwodny kwas siarkowy, bezwodnik kwasu siarkowego, kwas chlorosulfonowy tworzą kwasy alkylosiarkowe lub analogiczne związki. Istota tego sposobu polega na tem, że zobojętnianie mieszaniny sulfonowanej prowadzi się bez dodatku wody lub alkoholu jako rozpuszczalników, przy pomocy nieorganicznych lub organicznych zasad. Uskutecznia się to w ten sposób, że stałe zasady, np. *KOH* rozciera się na miazki proszek i w tym stanie dodaje do produktu sulfonowania; zasady w postaci płynnej wprowadza się cienkim strumieniem albo zapomocą dysz do produktów reakcji, a wreszcie zasady gazowe, np. pary amonjaku wprowadza się do produktu sulfonowania. Alifatyczny związek, będący materiałem wyjściowym, traktuje się środkami sulfonującymi, ewentualnie w obecności obojętnego rozpuszczalnika. Najlepiej jest stosować takie środki sulfonujące, które przy reakcji sulfonowania nie tworzą wody, jak np. SO_3 lub kwas chlorosulfonowy. Po ukończonem sulfonowaniu dodaje się stałą, ciekłą lub gazową bezwodną zasadę. Sole kwasów alkylosiarkowych wydzielają się przytem w stanie stałym wraz z małemi ilościami soli nieorganicznych. Produkty te można bezpośrednio stosować do wszelkich celów, np. w przemyśle uszlachetniania włókien oraz w przemyśle skórniczym, do otrzymywania emulsji i t. d. Jeśli chodzi o otrzymanie bezwzględnie czystych produktów, jak np. do celów przemysłu farmaceutycznego, wówczas surowy produkt krystalizuje się raz lub wielokrotnie, np. z alkoholu absolutnego. W

ten sposób otrzymuje się np. sole metali alkalicznych kwasu rycynosiarkowego w zupełnie czystej postaci jako biały proszek.

Przykład I. 27 kg alkoholu stearynowego rozpuszcza się w 60 kg trójchloroetyleny i w 50° — $60^{\circ}C$ sulfonuje się przy pomocy 12 kg kwasu chlorosulfonowego. Produkt zobojętnia się przez przepuszczanie gazowego amonjaku. Po ostudzeniu masa krzepnie, przez odcisnięcie i wysuszenie uwalnia się ją od trójchloroetyleny. W ten sposób otrzymana amonowa sól kwasu oktadecylosiarkowego jest prawie zupełnie biała. Przez jednorazowe przekrystalizowanie z alkoholu absolutnego uwalnia się ją całkowicie od soli nieorganicznych. Gotowy produkt jest śnieżno-białym proszkiem.

Przykład II. 30 kg kwasu rycynowego rozpuszcza się w 90 kg eteru etylowego i sulfonuje przy pomocy 11,6 kg kwasu chlorosulfonowego w temperaturze -10° do $-5^{\circ}C$.

Z sulfonowanej mieszaniny usuwa się, przepuszczając strumień kwasu węglowego, główną część wywiązanego chlorowodoru, poczem masę zobojętnia się 14 kg sody kałcynowanej. Wydzielony, stały rycynosiarczan sodowy odsącza się i suszy. Po jednorazowem przekrystalizowaniu z alkoholu absolutnego uwalnia się go od soli nieorganicznych, przyczem otrzymuje się śnieżno-biały produkt prawie chemicznie czysty.

W ten sposób otrzymane czyste sole wyższych kwasów alkylosiarkowych lub podobnych posiadają pod wieloma względami wielkie znaczenie dla techniki. Z jednej strony dzięki zupełnej czystości nadają się one do celów farmaceutycznych, z drugiej zaś można je stosować z korzyścią w przemyśle włókienniczym, skórniczym, przy obróbce metali i w innych przemysłowych dziedzinach, w przypadkach, gdzie chodzi o zwiększenie własności zwilżają-

cych, emulgujących oraz pieniących, przy-
czem stosowane do tego celu preparaty wy-
różniają się dodatnio małą objętością, do-
godnością transportowania i łatwością do-
zowania, gdyż posiadają one w najczystszej
postaci skuteczne i dodatnie cechy wszel-
kich tego rodzaju środków. Tak np. w zwy-
kłym oleju tureckim tylko 25% całkowitej
zawartości kwasów tłuszczowych znajduje
się w postaci soli estru kwasu tłuszczowo-
siarkowego, zaś otrzymane według nowego
sposobu stałe preparaty soli estrów są pra-
wie 100%-owe i wolne od wszystkich znaj-
dujących się w olejach tureckich łatwo
rozkładających się domieszek, takich jak
np. sole kwasów tłuszczowych, które bar-
dzo zmniejszają odporność tych olejowych
preparatów na kwasy i wapno.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania stałych soli
wyższych kwasów alkylosiarkowych o wię-
cej niż 9 atomach węgla oraz ich pochod-

nych, znamienny tem, że do zubożenia
mieszanin sulfonacyjnych, otrzymywanych
w znany sposób przez sulfonowanie wyż-
szych związków alkylowych, stosuje się w
nieobecności alkoholu odwodnione nieorga-
niczne lub organiczne zasady albo ich sole
ze słabymi kwasami w stałej, ciekłej lub
gazowej postaci.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tem, że jako materiał wyjściowy stosu-
je się mieszaniny sulfonacyjne, otrzymane
przez sulfonowanie środkami, które przy
reakcji nie tworzą wody.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, zna-
mienny tem, że jako materiał wyjściowy
stosuje się mieszaniny sulfonacyjne powsta-
łe przez sulfonowanie wyższych związków
alkylowych w obecności obojętnych rozpu-
szczalników.

H. Th. Bö h m e
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.