

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIIS PATENTOWY

64 963

Patent dodatkowy
do patentu _____

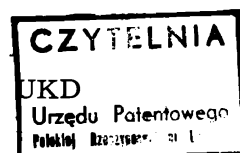
Zgłoszono: 23.XII.1967 (P 124 288)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.IV.1972

Kl. 12 o, 23/03

MKP C 07 c 149/30



Współtwórcy wynalazku: Władysław Szwed, Ryszard Wierzba, Wojciech Chwaja

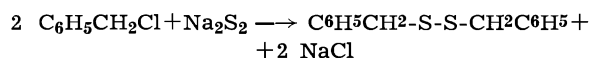
Właściciel patentu: Instytut Technologii Nafty, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania dwusiarczku dwubenzylu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania dwusiarczku dwubenzylu, znajdującego zastosowanie jako czynnik podwyższający właściwości smarne olejów pracujących w warunkach dużych nacisków (np. do olejów przekładniowych).

Sposób według wynalazku opiera się na znanych metodach wytwarzania dwusiarczków organicznych przez reakcję odpowiedniego chlorku alkilowego, lub arylowego z dwusiarczkami metali alkalicznych. Dwusiarek dwubenzylu wytwarza się więc na drodze reakcji chlorku benzylowego z dwusiarczkiem sodu według schematu:



Jednakże dotychczasowe sposoby wytwarzania dwusiarczku dwubenzylu podaną metodą, dają produkt o niewystarczającej czystości do celów specjalnych, jak np. do celów smarowniczych, na skutek korozyjnego działania preparatu na metale kolorowe.

Poza tym dowodem mniejszej czystości otrzymywanych uprzednimi sposobami preparatów, jest ich stosunkowo niska temperatura topnienia (poniżej 68°C), oraz często występujące zabarwienie od różowego do czerwonego, pochodzące również od zanieczyszczeń. Właściwości korozyjne roztworów olejowych dwusiarczku dwubenzylu otrzymywanego według znanych sposobów wytwarzania ograniczały jego stosowanie do celów smarowniczych.

2

Stwierdzono, że dzięki zastosowaniu określonego rozpuszczalnika, odpowiedniego doboru stosunku molowego substratów oraz temperatury reakcji, można otrzymać dwusiarek dwubenzylu nie wykazujący wyżej wymienionych wad.

Sposobem według wynalazku syntezę dwusiarczku dwubenzylu prowadzi się w środowisku metanolu, najkorzystniej bezwodnego, lub zawierającego do 15% wody oraz przy zachowaniu takiego stosunku reagentów, ażeby na 2 mole chlorku benzylu przypadła taka ilość Na_2S_2 , którą wytworzono z 1—1,5 mola siarczku sodowego i 1—1,3 mola siarki.

Sposób według wynalazku zapewnia otrzymywanie produktu nie wykazującego działania korozyjnego na metale kolorowe (badanego na płytkach miedzianych według określonej metody, np. w ciągu 3 godzin w temperaturze 100°C uzyskiwano ocenę: 0 — 1a według skali wzorcowej ASTM Method D—130) oraz o wysokiej temperaturze topnienia wynoszącej średnio 71°C, a także nieposiadającego różowego zabarwienia, pochodzącego od zanieczyszczeń, lub też posiadającego zaledwie widoczne różowe zabarwienie.

Stosowanie metanolu jako rozpuszczalnika, zapewnia dostateczną selektywność względem zanieczyszczeń przechodzących z surowców do produktu i pogarszających właściwości produktu, a przez to ograniczających jego zastosowanie.

Sposobem według wynalazku kondensację dwusiarczku sodu z chlorkiem benzylu prowadzi się

w temperaturze 5—30°C korzystnie 10—20°C, przy czym w pierwszym stadium przeprowadza się reakcję siarczku sodowego z siarką w wyżej przytoczonym stosunku molowym, co prowadzi do wytworzenia dwusiarczku sodu. Reakcję prowadzi się w środowisku metanolu w ilości umożliwiającej całkowite rozpuszczenie na gorąco produktu końcowego wytworzonego w drugim stadium reakcji. Reakcja przebiega w ciągu 1,5—2 godzin w temperaturze 60—75°C. Następnie, po schłodzeniu mieszaniny reakcyjnej, rozpoczyna się wkraplanie chlorku benzylowego, przy czym zachodzi reakcja kondensacji do dwusiarczku dwubenzylu z wydzielaniem chlorku sodowego. Reakcję tę prowadzi się najkorzystniej w temperaturze 10—20°C w czasie 1—3 godzin.

Otrzymaną w wyniku reakcji mieszaninę, po uprzednim podgrzaniu do około 70°C, filtruje się na gorąco, w celu oddzielenia zanieczyszczeń nierozpuszczalnych w metanolu i produktu odpadowego, jakim jest NaCl. Po schłodzeniu filtratu krystalizuje z niego dwusiarek dwubenzylu, który po odfiltrowaniu, przemyciu wodą i wysuszeniu, stanowi produkt gotowy. Otrzymany takim sposobem produkt jest ciałem stałym, krystalicznym, bezbarwnym, lub o zaledwie widocznym różowym zabarwieniu, o słabym charakterystycznym zapachu, o temperaturze topnienia: 70—72°C, zawartość

ci siarki: 25—26%. Roztwory olejowe o stężeniu 0,5—4% dwusiarczku dwubenzylu wykazują brak korozji na płytkach miedzianych z oceną: 0—la według skali wzorcowej ASTM Method D-130 przy próbie w ciągu 3 godzin w temperaturze 100°C. Dodatek 0,5—3% dwusiarczku dwubenzylu podwyższa obciążenie zespawania dla oleju bazowego, mierzone na aparacie czterokulowym, średnio o 150%.

Dwusiarek dwubenzylu w zestawieniu z innymi typami dodatków do olejów pracujących w warunkach dużych nacisków wykazuje szczególną skuteczność.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania dwusiarczku dwubenzylu przez reakcję chlorku benzylu z dwusiarczkiem sodowym, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w środowisku metanolu, najkorzystniej bezwodnego lub zawierającego do 15% wody, w temperaturze 5—30°C, korzystnie 10—20°C, przy czym stosunek molowy reagentów dobiera się tak, ażeby na 2 mole chlorku benzylu przypadała taka ilość moli dwusiarczku sodu, którą wytworzono z 1—1,5 mola siarczku sodowego i 1—1,3 mola siarki, a z otrzymanej mieszaniny po ogrzaniu i odsączeniu zanieczyszczeń, wykrystalizowuje się produkt.