

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

94941

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 06.06.75 (P. 180996)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.08.76

Opis patentowy opublikowano: **31.12.1977**

MKP

C07c 143/06

C07c 149/12

C07c 161/00

Int. Cl.²

C07C 143/06

C07C 149/12

C07C 161/00

Twórca wynalazku: Zdzisław Bruszewski

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk Zakład Doświadczalny
„Chemipan” Instytutu Chemii Fizycznej
i Instytutu Chemii Organicznej,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' stosowanego jako wybielacz w kąpielach galwanicznych.

Znany sposób wytwarzania tego związku podany w opisie patentowym Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3057725 jest przedstawiony na schemacie. Ten znany sposób polega na działaniu na propanosulton tiomocznikiem, w wyniku czego następuje otwarcie pierścienia i utworzenie soli tiuronowej, która następnie pod wpływem amoniaku przegrupowuje się w sól guanidynową kwasu 3-tiopropanosulfonowego-1. Uwolnienie kwasu z jego soli odbywa się na kolumnie kationitowej. Otrzymany wolny kwas przeprowadza się następnie w sól sodową za pomocą np. węgla sodowego, po czym utlenia się ją do soli sodowej kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'. Następnie sól przeprowadza się w kwas za pomocą kationitu.

Znany proces jest wieloetapowy, przy czym wymaga wyodrębnienia produktów przejściowych. Ponadto w tym sposobie operuje się dużymi objętościami rozcieńczonych roztworów, a produkt końcowy otrzymuje się w postaci około 5% wodnego roztworu, który należy zatężyć pod próżnią w niskiej temperaturze.

Znany jest również sposób unikający prowadzenia wieloetapowej reakcji, który polega na otwieraniu pierścienia propanosultonów za pomocą wodorosiarczku metalu z grupy ziem alkalicznych, np. wodorosiarczku baru, utlenianiu soli kwasu 3-tiopropanosulfonowego-1 i rozkład otrzymanej soli kwasem siarkowym do wolnego kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'.

Stwierdzono, że proces ten w znacznym stopniu można jeszcze skrócić, a syntezę prowadzić w jednym naczyniu reakcyjnym, jeżeli na propanosulton działa się dwusiarczkiem metalu alkalicznego, zwłaszcza sodu lub potasu, po czym otrzymaną sól przeprowadza się w wolny kwas.

Według wynalazku reakcję otwarcia pierścienia propanosultonów prowadzi się w roztworze wodnym lub alkanolowym.

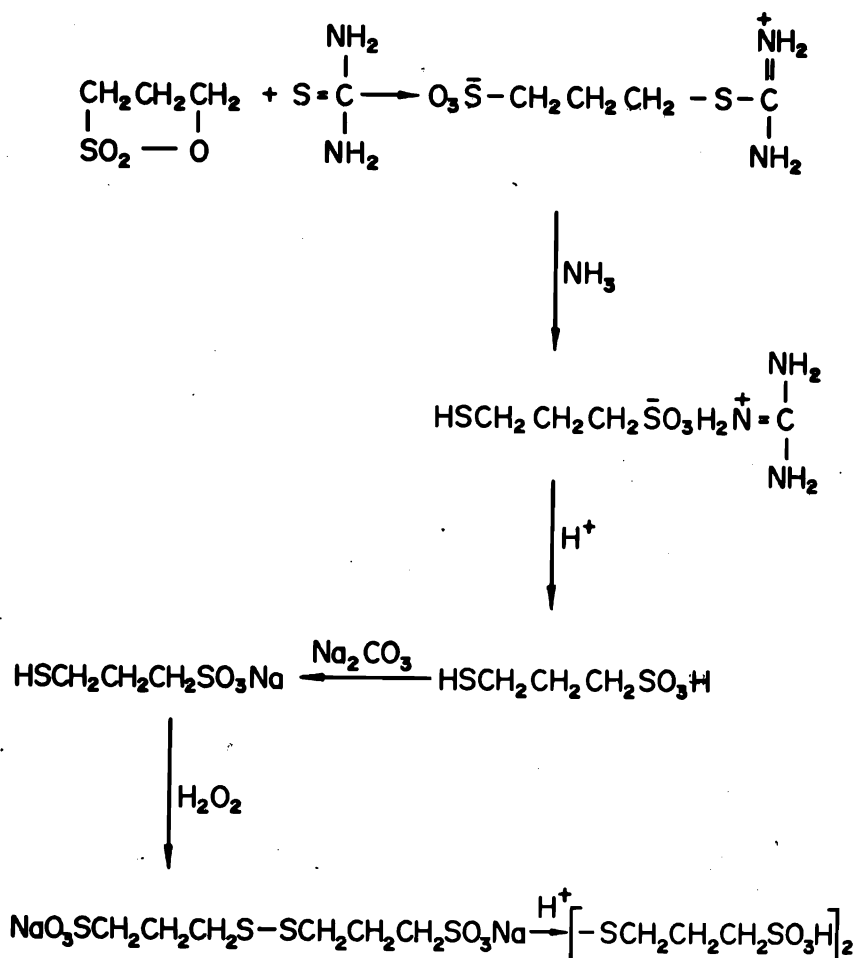
Zaletą sposobu według wynalazku jest całkowity brak ścieków. Jedynym odpadem procesu ewentualnie jest łatwy do regeneracji alkohol. Dodatkową zaletą metody jest również fakt, że produkt otrzymuje się z wydajnością ilościową.

Przykład I. Do wodnego roztworu 1 mola dwusiarczku sodowego wkrapla się przy mieszaniu 2 mole propanosulton. Reakcja propanosulton z dwusiarczkiem jest silnie egzotermiczna. Propanosulton wkrapla się z taką szybkością, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekroczyła 90°C. Ochłodzoną do temperatury pokojowej mieszaninę poreakcyjną nanosi się na kolumnę kationitową pracującą w cyklu kwaśnym i eluuje wodą roztwór zawierający 310 g kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'.

Przykład II. Do etanolowego roztworu 1 mola dwusiarczku potasowego wkrapla się przy mieszaniu 2 mole propanosulton. Po wdropleniu propanosulton z mieszaniny poreakcyjnej wypada osad soli sodowej lub potasowej kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'. Osad soli odsącza się i przemywa alkoholem. Wydajność soli około 90% wydajności teoretycznej. Otrzymaną sól rozpuszcza się w wodzie, roztwór nanosi się na kolumnę kationitową pracującą w cyklu kwaśnym i eluuje wodą aż do zaniku kwaśnego odczynu eluatu. Otrzymuje się wolny roztwór kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'. Wydajność kwasu około 90% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1', przez otwieranie pierścienia propanosulton, z n a m i e n n y t y m, że na propanosulton działa się dwusiarczkiem metalu alkalicznego, po czym otrzymaną sól kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' przeprowadza się w znany sposób w wolny kwas.



Schemat