

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 104692

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

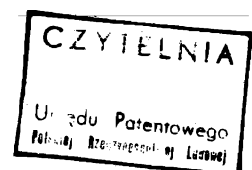
Zgłoszono: 09.11.76 (P.193561)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.78

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1980

Int. Cl². C07C 149/12
C07C 143/06
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', który stosuje się jako wybłyszczacz w kąpielach galwanicznych.

W sposobie znanym z polskiego opisu patentowego nr 94941 otrzymuje się kwas 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowy-1,1' przez działanie na propanosulton dwusiarczkiem metalu ziem alkalicznych, w wyniku czego otrzymuje się np. sól sodową kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1', którą przepuszcza się przez kolumnę kationitową otrzymując wolny kwas 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowy-1,1'.

Wadą znanego sposobu jest konieczność regeneracji kationitu kwasem solnym lub siarkowym, co w rezultacie powoduje występowanie dużej ilości kwaśnych ścieków przemysłowych, a z tym się wiąże zwiększenie kosztów produkcji. Dodatkową wadą jest to, że roztwory dwusiarczków metali alkalicznych zawierają znaczne ilości wielosiarczków, a otrzymany tą metodą kwas 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowy-1,1' jest silnie zanieczyszczony pochodnymi wielosiarczkowymi, które praktycznie są trudne do oddzielenia.

Inny sposób wytwarzania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' znany z polskiego opisu patentowego nr 94610, polega na działaniu na propanosulton wodorosiarczkiem metalu, zwłaszcza metalu z grupy metali ziem alkalicznych, takim jak bar lub wapń. W wyniku tej reakcji otrzymuje się sól kwasu 3-tiopropanosulfonowego-1, którą następnie utlenia się do soli kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' i przeprowadza się ją w wolny kwas. Sposób ten jest technologicznie bardzo dogodny, bowiem syntezę prowadzi się w jednym naczyniu reakcyjnym, bez potrzeby wyodrębniania półproduktów. Jednak ze względu na konieczność uprzedniego przygotowania wodorosiarczku, który gotowy nie znajduje się w handlu, sposób ten jest mało ekonomiczny.

Celem wynalazku jest zmodyfikowanie metody otrzymywania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego, polegające na stosowaniu łatwo dostępnego i taniego czynnika, powodującego otwarcie pierścienia propanosultonu.

Stwierdzono, że cel ten uzyskuje się, jeżeli na propanosulton działa się w roztworze wodnym siarczkiem metalu alkalicznego, zwłaszcza sodu otrzymując sól dwuzasadową kwasu 3-tiopropanosulfonowego-1, którą po zakwaszeniu przeprowadza się w sól monozasadową. Fakt ten był nieoczekiwany, gdyż dotychczas było wiado-

mo, że zasadowy odczyn, jaki tworzy w roztworze wodnym siarczek metalu alkalicznego, sprzyja rozkładowi propanosultonów do soli kwasu hydroksypropanosulfonowego. A więc wytworzenie pożądanego kwasu tiopropanosulfonowego przy zastosowaniu siarczku sodu lub potasu było raczej problematyczne.

Otrzymaną według wynalazku sól jednozasadową utlenia się w znany sposób nadtlenkiem wodoru do soli dwuzasadowej kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1', a następnie działając na nią chlorkiem wapnia lub baru przeprowadza się w nierozpuszczalną sól, którą wyodrębnia się z mieszaniny poreakcyjnej przez odsączenie. Wyodrębnioną sól wapniową lub barową kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' zadaje się kwasem siarkowym i otrzymuje się wolny kwas 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowy-1,1'.

Prowadząc proces według wynalazku również nie ma potrzeby wyodrębniania półproduktów aż do momentu otrzymywania trudnorozpuszczalnej soli barowej lub wapniowej, a główną zaletą jest stosowanie surowca taniego i łatwo dostępnego, jakim jest siarczek metalu alkalicznego.

Poniższe przykłady objaśniają bliżej sposób według wynalazku.

Przykład I. Do mieszanego roztworu 2 moli $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ w 500 ml wody wkrapla się 2 mole propanosultonów z taką szybkością, aby temperatura nie przekroczyła 40°C , a następnie dodaje się jednorazowo 1 mol stężonego kwasu solnego. Po ochłodzeniu roztworu do około 20°C wkrapla się 1 mol nadtlenku wodoru z taką szybkością, aby temperatura nie przekroczyła 30°C . Po zakończeniu utleniania do mieszaniny poreakcyjnej dodaje się roztwór 1 mola chlorku barowego w 200 ml wody i odsącza powstały osad soli barowej kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'. Osad przemywa się dokładnie 300 ml wody i zawiesza się go w 750 ml wody destylowanej. Do zawiesiny wkrapla się ściśle 1 mol kwasu siarkowego i pozostawia na 24 godziny. Następnie odsącza się osad siarczanu barowego i przemywa go 200 ml wody destylowanej. Otrzymuje się około 1 l roztworu, zawierającego około 310 g kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1'.

Wydajność praktycznie ilościowa.

Przykład II. Powtórzono syntezę według przykładu I, z tym, że zamiast siarczku sodu użyto do reakcji siarczku potasu. Uzyskano podobną wydajność, jak w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' przez działanie na propanosulton solą kwasu siarkowodorowego, utlenienie otrzymanej soli kwasu tiopropanosulfonowego oraz przeprowadzenie utworzonego produktu w wolny kwas, z n a m i e n n y t y m, że jako sól kwasu siarkowodorowego stosuje się siarczek metalu alkalicznego, zwłaszcza sodu, a otrzymaną po utlenieniu sól kwasu 3,3'-dwutiodwupropanosulfonowego-1,1' przeprowadza się za pomocą chlorku wapnia lub chlorku barowego w nierozpuszczalną sól, z której wolny kwas uwalnia się w znany sposób, zwłaszcza przez zakwaszenie kwasem siarkowym.