

29. Juli 1942

330000941

~~Messung~~

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 13 562 Lu/T
Ludwigshafen a/Rh., den 22. Juli 1942

Ar. H. = Howard Zyprie 29/7
"Povole"

Herstellung organischer Schwefelverbindungen.

Bei der bekannten Einwirkung von Schwefeldioxyd und Chlor auf nichtaromatische Kohlenwasserstoffe - gegebenenfalls unter Bestrahlung mit wirksamem Licht - ("Sulfochlorierung") entstehen Sulfochloride, die man durch Verseifung mit Alkalihydroxyd oder -carbonat in die entsprechenden Sulfonate überführen kann.

Auch sauerstoffhaltige nichtaromatische Verbindungen, z.B. Fettsäuren, Ketone, Alkohole, Äther oder Ester, setzen sich mit Schwefeldioxyd und Halogen unter Bildung der entsprechenden Sulfochloride um, doch erhält man, wenn man diese Stoffe alkalisch verseift, nach dem Eindampfen und Trocknen der Sulfonate stets mehr oder weniger dunkelbraun bis schwarzbraun gefärbte Erzeugnisse, deren Verwendbarkeit und Marktfähigkeit infolgedessen mehr oder minder stark beeinträchtigt ist.

Es wurde nun gefunden, dass man aus nichtaromatischen, sauerstoffhaltigen Verbindungen hellgefärbte, einwandfreie Erzeugnisse erhält, wenn man während oder nach der Verseifung ihrer durch Sulfochlorierung hergestellten Sulfochloride reduzierend wirkende Stoffe zusetzt.

Man kann sowohl anorganische als auch organische Verbindungen mit reduzierenden Eigenschaften anwenden, z.B. Natriumhyposulfit,

Formaldehydsulfoxylat,

Formaldehydsulfoxylat, Hydroxylamin und Hydrazin und ihre organischen Abkömmlinge (Arylhydroxylamine und -hydrazine), sowie organische Sulfinsäuren.

Von diesen Stoffen genügen schon geringe Mengen, um die Dunkel-färbung der Sulfonate zu vermeiden. Sie werden beispielsweise in Mengen von 2 bis 5 % der zur Verseifung dienenden Alkalilösung zugesetzt. Die mit einer derartigen Alkalilösung nach dem Abtrennen der unverseifbaren Bestandteile nach dem Eindampfen gewonnenen hellgefärbten Erzeugnisse werden auch bei längerem Lagern an der Luft selbst bei höheren Temperaturen nicht dunkel. Wenn das reduzierende Mittel nicht säurebeständig ist, sorgt man dafür, dass während der Verseifung das Alkali stets im Überschuss vorhanden ist. Besonders gute Ergebnisse erhält man bei der Verseifung der Sulfochloride mit Alkalicarbonat.

Man kann das reduzierende Mittel auch nach der Verseifung zugeben. Es wird dann am besten unter Ausschluss von Luft gearbeitet.

Beispiel.

100 Teile eines aliphatischen Alkohols mit 15 Kohlenstoffatomen im Molekül werden 4 1/2 Stunden lang mit 116 Teilen Chlor und 75 Teilen Schwefeldioxyd je Stunde bei 50° unter Bestrahlung mit Quecksilberdampflicht behandelt. Es entstehen 1500 Teile eines Erzeugnisses, das 9,5 % an Schwefel gebundenes Chlor und 15,8 % Gesamtchlor enthält. Das Erzeugnis wird mit 10 %iger Natriumcarbonatlösung unter Zusatz von 5 % Formaldehydsulfoxylat verseift und die Lösung eingedampft.

Man erhält ein hellgelbes Sulfonat, das auch bei längerem Stehen an der Luft sein Aussehen nicht ändert.

Patentanspruch.

330000943

13 562

Patentanspruch.

Herstellung organischer Schwefelverbindungen durch Umsetzung nichtaromatischer sauerstoffhaltiger Verbindungen mit Schwefeldioxyd und Chlor und alkalische Verseifung der so erhaltenen Sulfochloride, dadurch gekennzeichnet, dass man während oder nach der Verseifung reduzierend wirkende Stoffe zusetzt.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT