

Direction Générale du Commerce

Direction de la Propriété Industrielle

No 443658



BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Économiques

Vu la loi du 24 mai 1854 ; Vu la Convention d'Union pour la protection de la Propriété Industrielle.

Vu le procès-verbal dressé le 9 décembre 1921 à 12 h. 10. au Greffe du Gouvernement provincial de ~~Brabant~~ (Anvers);

ARRÊTE

Article 1. — Il est délivré à F. G. Farbenindustrie A.G.
à Frankfurt a/M. (All.)

rep. par M. G. Gevers & Co à Anvers.
un brevet d'invention pour : Acides sulfuriques ou éthers sels
de l'acide sulfurique et procédé de préparation
de ces produits.

faisant l'objet d'une première demande de brevet qu'elle déclare avoir déposée
en Allemagne les 9 décembre 1920, 21 mai
et 3 juin 1921 (3 demandes).

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeure joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 21 janvier 1922
Au nom du Ministre et par délégation :
Le Directeur Général du Commerce,

G. Lafay

ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET d'invention n° 443658

DEMANDE DÉPOSÉE, le 9 XII 1941

BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 31 I. 1942

M E M O I R E D E S C R I P T I F

déposé à l'appui d'une demande de

B R E V E T D ' I N V E N T I O N

formée par :

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT,

pour :

" Acides sulfoniques ou éthers-sels de l'acide sulfurique et procédés de préparation de ces produits ". Priorité de la demande de brevet d'invention en Allemagne déposée le 9 décembre 1940 N° I. 68.390 IV d/12 c et de trois additions y rattachées déposées les 31 mai 1941 N° I. 69.748 IV d/12 c; 3 juin 1941 N° I. 69.751 IV d/12 c et 3 juin 1941 N° I. 69.752 IV d/12 c.



La présente invention a pour objet des acides sulfoniques ou des éthers-sels de l'acide sulfurique et un procédé de préparation de ces produits.

La Demanderesse a trouvé que l'on obtient des acides sulfoniques ou des éthers-sels de l'acide sulfurique si l'on fait réagir simultanément l'anhydride sulfureux et l'oxygène sur des corps saturés et non aromatiques appartenant à la catégorie des

hydrocarbures, des hydrocarbures halogénés, des alcools, des acides carboxyliques et des dérivés de ces alcools et acides et si l'on effectue la réaction sous l'action de radiations photoactives. Le cas échéant, on peut terminer, sans exposer davantage à la lumière, la réaction qu'on a commencée sous l'influence de radiations photo-actives. Par le procédé qu'on vient de décrire on obtient par voie directe des acides sulfoniques où, si l'on utilise des alcools comme matière première, des éthers-sels sulfuriques. Dans le procédé connu suivant lequel on fait réagir un mélange d'anhydride sulfureux et de chlore sur des hydrocarbures, on obtient d'abord des composés chlorés qui, de par leur constitution, correspondent à des sulfochlorures. Dans ce cas, pour obtenir des acides sulfoniques, il faut saponifier les sulfochlorures et éliminer ainsi l'atome de chlore. De plus, il se forme des produits de substitution chlorés par l'action directe du chlore sur l'hydrocarbure et l'on n'est pas à même d'éliminer, par l'opération de saponification, les atomes de chlore liés au carbone. Dans le procédé objet de la présente invention, par contre, on n'utilise pas de chlore, c'est-à-dire une substance auxiliaire qu'on doit éliminer à la fin de l'opération et il ne se produit pas de chloration dans la chaîne carbonée; il se forme des acides sulfoniques avec un très bon rendement.

Comme matières premières propres à la préparation d'acides sulfoniques, on utilise, dans le présent procédé, des composés saturés et non aromatiques. Ainsi on peut partir d'hydrocarbures purs appartenant à la série aliphatique ou cyclo-aliphatique par exemple le propane, le n-butane, l'isobutane, le n-hexane, le n-heptane, le 3-méthyle-heptane, le n-hexadécane, le cyclo-hexane ou le méthyle-cyclohexane. De plus, on peut avoir recours aux mélanges d'hydrocarbures faciles à préparer sur une échelle industrielle, par exemple les hydrocarbures

4

figurant dans des fractions de pétrole ou dans des produits synthétiques préparés suivant des procédés connus, par l'hydrogénation du charbon ou par la réaction de l'oxyde de carbone avec l'hydrogène. Dans le procédé objet de la présente invention, il y a avantage à utiliser des hydrocarbures aussi exempts que possible d'oléfines et de substances aromatiques, étant donné que de petites portions de substances de ce genre suffisent à entraver la réaction. Il y a, par conséquent, intérêt à soumettre les hydrocarbures du commerce à un traitement de purification approprié.

On peut faire réagir les hydrocarbures avec l'anhydride sulfureux et l'oxygène sous l'action de radiations photo-actives en prenant soin que les gaz se mélangent d'une manière aussi homogène que possible avec les hydrocarbures. Si l'on utilise des hydrocarbures liquides ou des solutions d'hydrocarbures gazeux, liquides ou solides dans des solvants appropriés, on effectue une subdivision poussée des gaz en appliquant des mesures connues, par exemple par l'introduction des gaz à travers des buses à orifices fins. La proportion entre l'anhydride sulfureux et l'oxygène n'est pas limitée à la proportion équimoléculaire; un excès d'anhydride sulfureux s'est révélé approprié.

On peut remplacer l'oxygène par l'air atmosphérique; dans ce cas, cependant, la réaction se déroule plus lentement à la pression ordinaire, corrélativement à la diminution de la pression partielle de l'anhydride sulfureux dans le mélange gazeux. On peut aussi opérer sous pression et il en est de même pour l'utilisation d'oxygène pur.

On peut déclencher la réaction à l'aide de radiations photo-actives. Dans quelques cas, la réaction une fois amorcée par exposition à la lumière, se poursuit dans l'obscurité donc sans que l'on prolonge l'exposition. Comme sources de lumière,

conviennent par exemple le soleil, les lampes à incandescence très puissantes ou les lampes à vapeur de mercure à haute pression qui se sont révélées particulièrement avantageuses. Dans les appareils qu'on utilise pour l'obtention des produits à une échelle industrielle, on monte les sources de lumière derrière des fenêtres transparentes dans les récipients de réaction ou on les immerge dans ceux-ci au centre ou radialement. Il y a avantage à éliminer par refroidissement la chaleur qui se dégage au cours de la réaction exothermique, étant donné qu'autrement la température augmenterait trop. En général, la vitesse de réaction est plus petite quand il s'agit d'hydrocarbures à chaîne ramifiée que quand on utilise des hydrocarbures à chaîne droite.

Les acides sulfoniques qui se forment dans le présent procédé se séparent pour la majeure partie sous forme d'huiles si l'on se sert d'hydrocarbures inférieurs. On peut les obtenir à l'état brut par séparation dans des vases de décantation. Si l'on fait appel aux hydrocarbures supérieurs, les acides sulfoniques restent, en partie, à l'état dissous dans ces hydrocarbures. Une fois le traitement terminé, on peut les séparer par extraction au moyen de solvants insolubles dans les hydrocarbures, tels que l'eau ou le méthanol. Si l'on concentre les extraits, on obtient les acides sulfoniques à l'état concentré. On obtient des sels par neutralisation, par exemple à l'aide d'alcalis et, le cas échéant, par séparation, suivant des méthodes connues, des hydrocarbures qui ne sont pas entrés en réaction. En général, il se forme en majeure partie des sels d'acides mono-sulfoniques en mélange avec des sels d'acides disulfoniques et de sulfates d'alcali.

Comme matières premières qui conviennent à la préparation d'acides sulfoniques on peut citer aussi les hydrocarbures halogénés, par exemple les produits d'halogénéation des hydrocar-

bures ou de mélanges d'hydrocarbures mentionnés ci-dessus, tels que les chloro-propanes, les chloro-butanes, les chloro-dodécanes, les chloro-ocetodécanes, ou les produits de chloruration d'hydrocarbures naturels ou synthétiques de nature saturée et non aromatique. On peut se servir également d'hydrocarbures bromés.

Comme autres matières premières convenant à la préparation d'acides sulfoniques ou d'éthers-sels de l'acide sulfurique, on indiquera les alcools saturés et non aromatiques, les éthers-oxydes, les éthers-sels, les acides carboxyliques, les chlorures d'acides carboxyliques, les anhydrides d'acides carboxyliques et les amides d'acides carboxyliques ou les nitriles, par exemple le méthanol, le butanol, l'alcool octylique, le cyclohexanol, l'alcool dodécylique, l'alcool octodécylique ou des mélanges de ces alcools. Si l'on fait réagir des alcools avec l'anhydride sulfureux et l'oxygène on peut obtenir également des éthers-sels d'acide sulfurique, outre les acides sulfoniques. Des éthers appropriés sont, par exemple, les éthers de dibutyle, de diamyle, de cyclohexyle-méthyle et des composés similaires. Les éthers-sels peuvent dériver d'alcools et d'acides carboxyliques de tout poids moléculaire désiré, par exemple d'acétate de butyle, d'acétate de dodécyle, de butyrate de butyle, de propionate d'octodécyle, de butyrate de méthyle, d'undécanoate d'éthyle de palmitate de butyle et de stéarate de méthyle. De plus, on peut avoir recours aux alcools polyvalents et à leurs éthers-oxydes ou à leurs éthers-sels, par exemple le butane-diol, l'hexane-diol, l'hexane-triol, le tétrahydrofurane, le diacétate de butane-diol, le tristéarate de glycérine ou des graisses et des huiles naturelles hydrogénées. Les groupes sulfoniques peuvent entrer dans le radical d'alcool ou dans le radical d'acide carboxylique ou en même temps dans les deux.

On peut utiliser comme acides carboxyliques libres et comme dérivés fonctionnels de ceux-ci outre les éthers-sels, par exemple l'acide propionique, l'acide butyrique, l'acide laurique, l'anhydride acétique, l'anhydride stéarique et les chlorures des acides laurique et palmitique. On peut aussi faire appel aux mélanges naturels ou synthétiques d'acides carboxyliques du genre saturé et non aromatique. De la même manière on peut sulfoner des acides carboxyliques polybasiques et leurs dérivés fonctionnels, par exemple l'acide adipique, la diamide de l'acide sébacique, le dinitrile de l'acide pimélique et le glutalate de diméthyle. De plus, on peut, comme matières premières, utiliser les composés saturés et non aromatiques qui comportent dans la molécule à la fois des hydroxyles et des groupes carboxyliques ou leurs dérivés fonctionnels, par exemple l'acide lactique, l'acide hydroxystéarique, la butyrolactone, le glycolate de butyle ou l'acide éthoxy-acétique. On peut effectuer la réaction entre l'anhydride sulfureux, l'oxygène et les composés saturés et non aromatiques qu'on vient de citer en procédant de la manière décrite en détail pour la sulfonation des hydrocarbures.

Les acides sulfoniques et les éthers-sels de l'acide sulfurique et leurs sels qu'on obtient par le procédé objet de la présente invention, conviennent à l'application dans les buts les plus variés de nature industrielle par exemple dans l'industrie textile, dans celle du papier et dans celle du cuir.

Dans les exemples suivants le rapport entre partie en poids et partie en volume est celui qui existe entre le kilogramme et le litre.

EXEMPLE 1 :

Dans un appareil cylindrique, étroit et haut en verre d'IGGA qui est muni, à la partie inférieure, d'une fritte destinée à l'introduction de gaz et, à la partie supérieure, d'un

serpentin de refroidissement noyé, l'appareil étant combiné à un réfrigérant à reflux, on traite 600 grammes de cyclohexane par un mélange gazeux contenant une molécule d'oxygène pour 2 molécules d'anhydride sulfureux. On expose l'appareil aux radiations d'une lampe de quartz à vapeur de mercure à haute pression et on maintient la température dans l'intérieur de l'appareil, par refroidissement, entre + 15° et 25°. Au bout de peu de temps le contenu de l'appareil se trouble et bientôt commence à se déposer au fond une huile dont la quantité augmente rapidement. On peut éliminer d'une manière continue l'huile qui s'est séparée et on peut ajouter de nouvelles portions de cyclohexane sans que la réaction en cours soit dérangée. Si l'on introduit par heure 21 litres de mélange gazeux on obtient dans le même temps environ 65 grammes d'huile, ce qui correspond à une utilisation des gaz utilisés de 80 à 90 %.

L'huile qui s'est séparée contient surtout de l'acide cyclohexane-sulfonique et une petite portion d'acide sulfurique; si on l'expose à l'air atmosphérique il s'en sépare par cristallisation un hydrate de l'acide cyclohexane-sulfonique que l'on peut obtenir à l'état pur en le filtrant par aspiration. On poursuit le traitement de l'huile en introduisant celle-ci de préférence dans de l'eau; on élimine la cyclohexane, l'anhydride sulfureux et les produits de décomposition volatils en insufflant de la vapeur et on neutralise ensuite le tout au moyen de solution de soude caustique. Si l'on évapore la solution à siccité, on obtient une poudre qui contient environ 90 % de cyclohexane-sulfonate de sodium outre 10 % de sulfate de sodium. Par recristallisation dans l'eau on obtient le cyclohexane-sulfonate de sodium sous forme de paillettes brillantes.

On atteint des résultats similaires si l'on effectue les réactions dans des appareils en verre usuel ou en quartz. Dans ce cas la réaction est mise en marche, quoique plus lentement,

par l'exposition aux radiations d'une lampe à incandescence très puissante. On peut aussi effectuer la préparation de l'acide cyclohexane-sulfonique à partir de cyclohexane, d'anhydride sulfureux et d'oxygène en déclenchant la réaction comme on vient de le dire par exposition à des radiations lumineuses et en supprimant la source de lumière dès que l'huile commence à se séparer. La réaction se poursuit sans défaillance à l'obscurité et on obtient essentiellement les mêmes rendements que dans le cas d'une exposition permanente à des radiations lumineuses.

EXEMPLE 2 :

Si, dans l'exemple 1, on remplace le cyclohexane par le n-heptane, l'apparence extérieure de la réaction est la même; dans ce cas la réaction une fois mise en marche se poursuit aisément dans l'obscurité. Par introduction dans l'eau et traitement par de la vapeur on obtient une solution qui, après neutralisation avec de la solution de soude caustique et évaporation, fournit un produit semi-solide se composant d'un mélange d'environ 87 à 90 % des sels de sodium de l'acide heptane-monosulfonique (quantité prépondérante) et d'acide heptane-disulfonique (quantité moindre) avec 13 à 10 % de sulfate de sodium.

EXEMPLE 3 :

Si l'on remplace le cyclohexane utilisé dans l'exemple 1 par le méthyle-cyclohexane on obtient, après la transformation en les sels de sodium, un produit semi-solide qui se compose d'un mélange d'environ 75 à 80 % des sels de sodium des acides méthyle-cyclohexane-monosulfoniques et d'une petite portion d'acides disulfoniques avec 25 à 20 % de sulfate de sodium.

EXEMPLE 4 :

Dans un appareil similaire à celui qui est décrit dans l'exemple 1 et chargé de 800 parties en poids de tétrachlorure

de carbone on introduit par heure un mélange gazeux composé de 20 litres de n-butane, 10 litres d'anhydride sulfureux et 5 litres d'oxygène et on expose le tout aux rayons d'une lampe de quartz à vapeur de mercure. Au bout de peu de temps le tétrachlorure de carbone devient trouble et il se sépare une huile incolore dont la densité est un peu inférieure à celle du solvant. On obtient environ 16 parties en poids d'huile par heure.

On traite ensuite la couche supérieure huileuse de la manière décrite dans l'exemple 1. Il se forme un mélange composé d'environ 87 % des sels de sodium des acides n-butane-sulfoniques et 13 % de sulfate de sodium.

Si l'on remplace le n-butane par l'isobutane, la réaction prend un cours un peu plus lent; l'huile qui se forme se solidifie si elle vient en contact avec l'atmosphère humide et elle constitue l'hydrate cristallin de l'acide isobutane-sulfonique. Après avoir continué le traitement, on obtient un mélange d'environ 77 % d'isobutane-sulfonate de sodium et 23 % de sulfate de sodium.

Si l'on remplace le n-butane par le propane, on parvient à des résultats similaires; cependant la réaction prend un cours plus lent que dans le cas du butane.

EXEMPLE 5 :

Si l'on remplace dans l'exemple 1 le cyclohexane par le 3-méthyle-heptane, les phénomènes apparents de la réaction, qui est essentiellement plus paresseuse, sont bien similaires. Le traitement ultérieur achevé, on obtient un mélange de sels composé d'environ 86 à 88 % des sels de sodium d'acides 3-méthyle-heptane-sulfoniques avec 14 à 12 % de sulfate de sodium.

EXEMPLE 6 :

Si l'on remplace dans l'exemple 1 le cyclohexane par le produit que l'on obtient par l'hydrogénation de la fraction bouillant entre 220° et 320° du mélange d'hydrocarbures qui se

forme dans la réaction de l'oxyde de carbone et de l'hydrogène et si l'on traite le produit par un mélange d'anhydride sulfureux et d'oxygène avec exposition aux rayons d'une lampe à vapeur de mercure, on observe que le mélange d'hydrocarbures devient jaune et que cette coloration s'intensifie rapidement, tandis que de l'huile se sépare simultanément. Par l'extraction avec du méthanol aqueux on obtient une solution que l'on neutralise après élimination de l'anhydride sulfureux et des solvants utilisés et que l'on évapore à siccité. De cette manière on obtient un mélange de sulfate de sodium et des sels de sodium des acides sulfoniques des hydrocarbures utilisés.

EXEMPLE 7 :

Dans un vase de quartz qu'on expose aux rayons d'une lampe de quartz à vapeur de mercure à haute pression on soumet 500 parties en poids de 1-chloro-n-butane, pendant 8 heures et demie à l'action d'un mélange de 170.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 125.000 parties en volume d'oxygène. Il se sépare 15 parties en poids d'une huile insoluble dans le mélange de réaction. Après avoir été traitée convenablement, l'huile fournit un mélange de 4 parties en poids de sulfate de sodium et 12 parties en poids des sels de sodium des acides chloro-butane-sulfoniques. De la couche de chlorure de butyle on retire celui-ci par entraînement à la vapeur d'eau et on obtient alors une solution qui, après neutralisation, fournit 47 parties en poids des sels de sodium. Le mélange de sels obtenu contient environ 83 % de chloro-butane-sulfonate de sodium outre 23 % de constituants minéraux qui se composent, pour la majeure partie, de sulfate de sodium et, en quantité moindre, de chlorure de sodium.

EXEMPLE 8 :

Dans un appareil en verre uviole on soumet, par heure, 550 parties en poids de 1-chloro-n-dodécane, tout en les expo-

sant aux rayons d'une lampe de quartz à vapeur de mercure, à l'action d'un mélange gazeux de 30.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 20.000 parties en volume d'oxygène. Au bout de quelques heures on interrompt la réaction. On extrait le mélange par un mélange d'eau et de méthanol à 50 %; l'extrait fournit, après élimination de l'acide sulfureux dissous, puis neutralisation, un mélange de sels qui contient environ 60 % de sels d'acides sulfoniques organiques qui sont bien solubles dans le méthanol, principalement du chloro-dodécane-sulfonate de sodium.

EXEMPLE 9 :

Dans un appareil de quartz qu'on expose aux rayons d'une lampe à vapeur de mercure, on soumet par heure 300 portions en poids de méthanol à l'action de 20.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 10.000 parties en volume d'oxygène. Au bout de 7 heures on interrompt la réaction. La suite du traitement du produit conduit à environ 30 parties en poids de méthyle-sulfate de sodium.

Si l'on remplace le méthanol par le butanol, on obtient, dans les mêmes conditions, 12 parties en poids des sels de sodium des acides hydroxy-butane-sulfoniques outre du sulfate de sodium et du butyle-sulfate de sodium.

Si l'on utilise l'alcool n-octylique au lieu du méthanol, on obtient, entre autres, 19 parties en poids des sels de sodium des acides hydroxy-octane-sulfoniques.

Une solution de 200 parties en poids de cyclohexanol dans 300 parties en poids de tétrachlorure de carbone fournit, dans les mêmes conditions, 37 parties en poids des sels de sodium des acides cyclohexanol-sulfoniques outre une petite portion de sulfate de sodium.

EXEMPLE 10 :

Dans un vase de quartz qu'on expose aux rayons d'une lampe

de quartz à vapeur de mercure à haute pression, on soumet pendant 8 heures et demie 300 parties en poids d'éther di-n-butyle à l'action d'un mélange de 170.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 125.000 parties en volume d'oxygène. En poursuivant le traitement on obtient un mélange de sels qui se compose de 33 % de sulfate de sodium, 15 % de sel mono-sulfonique et 52 % de sel disulfonique de l'éther dibutyle.

A partir d'hexahydro-anisol on obtient, dans la réaction correspondante, des acides sulfoniques de l'hexahydro-anisol et une petite portion d'acide sulfurique.

EXEMPLE 11 :

Dans un appareil en quartz, on soumet par heure 350 parties en poids d'acétate de n-butyle, tout en les exposant à des radiations ultra-violettes, à l'action de 20.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 10.000 parties en volume d'oxygène. En 8 heures le poids de la matière première augmente de 170 parties en poids. On neutralise au moyen d'un excès de carbonate de baryum les produits de la réaction extraits de l'acétate de butyle par épuisement à l'eau glacée. La solution aqueuse, filtrée et évaporée à siccité, fournit 217 parties en poids de sels de baryum qui sont, en majeure partie, des sels de baryum d'acides mono-sulfoniques de l'acétate de butyle et, en petite quantité, des sels de baryum des acides hydroxy-butane-sulfoniques.

EXEMPLE 12 :

On traite 400 parties en poids d'acétate de n-dodécyle, en 8 heures, tout en les exposant à des rayons ultra-violetts, par 240.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 150.000 parties en volume d'oxygène. Après saponification, distillation des constituants volatils et extraction à l'éther de la solution neutralisée afin d'éliminer l'alcool dodécylique émulsifié, l'extrait aqueux du mélange de la réaction fournit une

solution à partir de laquelle on obtient un mélange de sels après évaporation de l'eau. De ce mélange, on extrait, au moyen de méthanol, 200 parties en poids de sels sulfoniques organiques exempts de sulfate. Le produit obtenu à partir de la solution de méthanol se compose en majeure partie de sels de sodium des acides disulfoniques de l'hydroxy-dodécane.

EXEMPLE 13 :

Dans un appareil en verre usuel on soumet par heure 550 parties en poids d'acide propionique, tout en les exposant aux radiations d'une lampe de quartz à vapeur de mercure, à l'action d'un mélange de 15.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 10.000 parties en volume d'oxygène. Après élimination, par distillation sous une pression réduite, de l'acide propionique qui n'est pas entré en réaction, on obtient un résidu qui, après neutralisation et évaporation à siccité, fournit 50 parties en poids d'un mélange de sels contenant d'après l'analyse, 36 % de sulfo-propionate de sodium et 24 % de sulfate de sodium.

Si l'on remplace l'acide propionique par l'acide gras bouillant à 150° sous une pression de 12 mm et provenant des produits de tête de la distillation du produit d'oxydation de la paraffine, on obtient une solution dont on peut éliminer les produits de sulfonation par extraction à l'eau. On peut épuiser la solution aqueuse au butanol pour en retirer l'acide sulfo-carboxylique qui s'est formé et on peut l'isoler à l'état de sel de sodium par neutralisation au moyen d'une solution de soude caustique puis par évaporation. On peut estérifier à demi, en fait sur le groupe carboxylique, l'acide sulfo-carboxylique libre en le faisant bouillir avec du butanol.

EXEMPLE 14 :

Si l'on traite par heure 350 parties en poids de lauro-nitrile par 20.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 10.000 parties en volume d'oxygène, on obtient en 4 heures,

tout en exposant le mélange à l'action de rayons ultra-violet, une solution à partir de laquelle on obtient par épuisement à l'eau les acides qui se sont formés; en neutralisant la solution aqueuse au moyen de solution de soude caustique et en évaporant, on aboutit à 160 parties d'un mélange de sels qui contient 95 % de mono-sulfonate sodique du lauronitrile, corps qui est bien soluble dans le méthanol.

EXEMPLE 15 :

Si l'on fait réagir pendant 4 heures 400 parties en poids d'anhydride acétique avec 80.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 40.000 parties en volume d'oxygène, on obtient aussitôt que le traitement complémentaire est terminé, une solution aqueuse qui contient environ 50 parties en poids d'acide sulfo-acétique; on ne peut pas déceler d'acide sulfurique.

D'une manière analogue à celle qu'on vient de décrire on obtient l'acide sulfo-propionique à partir d'anhydride propionique.

EXEMPLE 16 :

Dans un appareil en quartz on traite, pendant 8 heures et demie, 400 parties en poids de chlorure d'acide laurique, tout en les exposant à l'action de rayons ultra-violet, par 170.000 parties en volume d'anhydride sulfureux et 85.000 parties en volume d'oxygène. ^{À partir du mélange} on obtient, après saponification à l'eau et élimination par filtration de l'acide laurique qui n'est pas entré en réaction, dans le filtrat aqueux, ~~à partir~~ ~~du mélange~~ on obtient l'acide sulfo-laurique susceptible d'être extrait par le butanol. On neutralise au moyen de solution de soude caustique et l'acide fournit alors 270 parties en poids de son sel de sodium.

EXEMPLE 17 :

Si l'on remplace le chlorure de l'acide laurique utilisé dans l'exemple 16 par le laurate de méthyle, on obtient environ

*ajoute 4 mots
différence
approuvé*

100 parties en poids de sulfate de sodium outre 200 parties en poids de sulfo-laurate de sodium.

R E S U M E .

1.) Un procédé de préparation d'acides sulfoniques ou d'éthers-sels de l'acide sulfurique, procédé qui consiste à faire réagir simultanément de l'anhydride sulfureux et de l'oxygène sur des corps saturés et non aromatiques appartenant à la catégorie des hydrocarbures, des hydrocarbures halogénés, des alcools, des acides carboxyliques et de leurs dérivés, tout en les exposant à l'action de radiations photo-actives et, le cas échéant, à poursuivre la réaction commencée sous l'influence de la lumière, sans exposer davantage aux radiations photo-actives.

2.) A titre de produits industriels nouveaux, les acides sulfoniques, et les éthers-sels sulfuriques préparés par le procédé spécifié sous 1) ou par tout autre procédé similaire et leur application dans l'industrie.

Anvers, le 9 décembre 1941

P. Pos de

J. G. Jacobs

P. Pos de Jacques GEVERS

J. G. Jacobs