



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 11 mai 1943 à 12 h.50

au Greffe du Gouvernement provincial du Brabant;

ARRÊTE

Article 1. — Il est décerné à I. G. Farlemindustries Aktiengesellschaft,
et Frankfurt a. Main (Allemagne) rep. par
l'Officier d'Industrie M. C. Pucher, successeur à Bruxelles,
un brevet d'invention pour : Procédé de préparation de
composés organiques sulfurés.

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une première demande de brevet déposée
en Allemagne le 11 mai 1943.

Article 2. — Ce brevet lui est décerné 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 demeurera 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 30 juin 1943.

Au nom du Ministre et par délégation :
Le Directeur Général du Commerce.

C. Capart

ROYAUME DE BELGIQUE

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET d'invention n. 450757

DEMANDE DÉPOSÉE, le 22. V. 1943

BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 30. VI. 1943

MF.

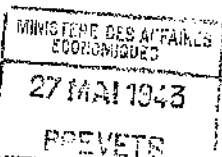
MÉMOIRE DESCRIPTIF

O. Z. 13455

DÉPOSÉ A L'APPUI D'UNE DEMANDE

DE

BREVET D'INVENTION



FORMÉE PAR
la Société dite: I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

P O U R :
Procédé de préparation de composés organiques sulfurés

Demande de brevet allemand en sa faveur du 28 Mai 1942

Il est connu de traiter des hydrocarbures aliphatiques avec de l'anhydride sulfureux et du chlore et de saponifier les sulfochlorures ainsi obtenus. Dans ce cas on a déjà aussi employé, comme matières de départ, les mélanges d'hydrocarbures obtenables par hydrogénation catalytique des oxydes du carbone, mais, pour obtenir une transformation industriellement satisfaisante, on a jugé nécessaire de libérer les matières de départ, avant de les soumettre à l'action de l'anhydride sulfureux et du chlore, par hydrogénation ou par un autre traitement, par exemple à l'acide sulfurique, des composés non saturés et oxygénés. Les sulfochlorures provenant de matières de départ obtenues et préalablement traitées de cette manière, fournissent, lors de la saponification, directement des sulfonates clairs à incolores. Par contre, lorsqu'on s'abstient du traitement préalable, ces sulfochlorures fournissent, lors de la saponification, des sulfonates de couleurs altérées, peu convenables comme matières premières de lavage.

Or, il a été trouvé suivant la présente invention qu'on obtient des sulfonates jaune clair à incolores, à partir de sulfochlorures obtenus par sulfochloruration des produits de l'hydrogénation catalytique des oxydes du carbone, sans devoir soumettre les huiles d'hydrocarbures, avant la sulfochloruration, à l'un des traitements préalables susmentionnés, lorsqu'on saponifie les sulfochlorures en présence de substances à action réductrice, ou lorsqu'on y ajoute des substances de ce genre après la saponification.

En qualité d'additions entrent en ligne de compte des composés inorganiques et organiques à propriétés réductrices, par exemple, l'hyposulfite de sodium, le sulfoxylate d'aldéhyde formique, l'hydroxylamine et l'hydrazine, ainsi que leurs dérivés organiques (les hydroxylamines et les hydrazines arylées) ainsi que les acides sulfiniques organiques.

De faibles quantités de ces substances suffisent déjà pour empêcher l'altération de la couleur des produits de saponi-

fication. On en ajoute, par exemple, 0,2 à 2 % à la solution alcaline servant à la saponification. Les produits de coloration claire, obtenus, après l'évaporation, avec une telle solution alcaline, après séparation des constituants insaponifiables, particulièrement des hydrocarbures neutres, ne foncent pas, même après avoir été laissés pendant un temps relativement prolongé à l'air, voire même à des températures accrues. Lorsque l'agent réducteur n'est pas inattaquable aux acides, on a soin que, pendant la saponification, l'alcali soit toujours présent en excès. On obtient des résultats particulièrement favorables en saponifiant les sulfochlorures avec du carbonate d'alcali. On peut aussi ajouter l'agent réducteur après la saponification; dans ce cas on travaille le mieux à l'abri de l'air.

EXEMPLE 1

Une huile hydrocarbonée obtenue par hydrogénation catalytique d'oxyde de carbone à la pression ordinaire, et possédant les limites d'ébullition de 230 à 320° ainsi qu'un poids spécifique de 0,767 (20°), renfermant 10 % de constituants absorbables par un mélange d'anhydride phosphorique et d'acide sulfurique, est traitée par de l'anhydride sulfureux et du chlore, sous les rayons d'une lampe à vapeur de mercure, à environ 20°, jusqu'à ce qu'environ la moitié de la substance de départ soit transformée en sulfochlorures. Le produit de réaction possède une teneur en soufre de 4,81 et une teneur totale en chlore de 6,4 % dont 5,3 % sont combinés au soufre. Le produit de réaction, libéré à une pression réduite du chlorure d'hydrogène dissous, est introduit alors avec agitation dans une solution chauffée à 75°, renfermant, sur 1000 parties de sulfochlorure, 2400 parties d'eau, 240 parties de carbonate de sodium et 3 parties d'hyposulfite de sodium. Ensuite la température est lentement élevée à 85-90°. Après 4 heures on laisse refroidir, on sépare la couche inférieure aqueuse des hydrocarbures non attaqués et on l'évapore à siccité dans un dessiccateur à cylindres. On obtient une poudre blanche, clairement soluble dans l'eau, stable au magasinage.

Lorsqu'on s'abstient de l'addition d'hyposulfite de sodium au liquide de saponification, on obtient, après le traitement décrit plus haut, un produit de couleur brune.

EXEMPLE 2

Une huile hydrocarbonée, de la provenance suivant l'exemple 1, et possédant les propriétés y indiquées, est traitée sous les rayons d'une lampe à vapeur de mercure, à la température ordinaire, par de l'anhydride sulfureux et du chlore, jusqu'à ce qu'il s'est formé un mélange de sulfochlorures renfermant 10,9 % de soufre et 15,9 % de chlore (dont 12,1 % combinés au soufre).

Le mélange de sulfochlorures est alors saponifié avec une quantité légèrement supérieure à la quantité calculée d'une solution d'hydrate de sodium à 5 %. Puis on ajoute 1 % de sulfoxylate d'aldéhyde formique, calculé par rapport au sulfonate définitivement formé, sous forme d'une solution aqueuse à 10 %. Ensuite la solution est évaporée à siccité dans un dessiccateur à cylindres. On obtient un sulfonate clair, dont la couleur ne s'altère pas, même après un magasinage prolongé.

REVEN DICATIONS

1. - Procédé de préparation de composés organiques sulfurés par un traitement d'hydrocarbures avec de l'anhydride sulfureux et du chlore, et par saponification des sulfochlorures obtenus, caractérisé en ce qu'on part de produits d'hydrogénation catalytique des oxydes du carbone et qu'on ajoute, pendant ou après la saponification, des substances à action réductrice.

450757

- 3 -

2. - Procédé de préparation de composés organiques sulfurés, en substance comme décrit ci-dessus avec référence aux exemples cités.

3. - Les composés organiques sulfurés préparés par le procédé suivant les revendication précédentes.

Bruxelles, le 22 Mai 1943

P. Pon. de la Soc. dite: I. G. FARBENINDUSTRIE A.G.

OFFICE KIRKPATRICK

H. & C. PLUCKER Succrs.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'H. & C. Plucker', written over a horizontal line.