

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238944

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 13 03 84
/21/ PV 1806-84

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 275/06

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) vydáno 16 03 87

(75)

Autor vynálezu

LÁSKOVÁ SOŇA, LOUDA MILOŠ, NERATOVICE

(54) Způsob výroby imidu kyseliny o-sulfobenzoové vysoké čistoty

Způsob výroby imidu kyseliny o-sulfo-
benzoové /sacharinu/ vysoké čistoty oxi-
dací o-toluensulfonamidu a následujícím
frakčním srážením roztoku vzniklých sodno-
draselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny
okyselením kyselinou chlorovodíkovou, vyzna-
čující se tím, že druhá frakce se sráží
za horka při teplotě 85 °C až 95 °C.

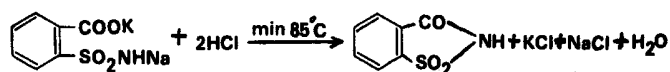
Způsob výroby imidu kyseliny o-sulfobenzoové /sacharinu/ vysoké čistoty.

Předmětem vynálezu je způsob výroby imidu kyseliny o-sulfobenzoové /sacharinu/ vysoké čistoty oxidací o-toluensulfonamidu a následným frakčním srážením roztoku vzniklých sodnodraselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny okyselením kyselinou chlorovodíkovou, přičemž druhá frakce se sráží za horka při teplotě 85 až 95 °C.

Současně používaná technologie je založena na oxidaci o-toluensulfonamidu manganistanem draselným v alkalickém prostředí. Vzniklá směs sodnodraselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny a nezreagované sodné soli o-toluensulfonamidu se dělí frakčním srážením kyselinou chlorovodíkovou.

V první frakci se z reakční směsi vysráží přidávkou kyseliny chlorovodíkové do hodnoty pH 3 nezoxidovaný o-toluensulfonamid a po jeho odfiltrování se ze zbylého roztoku sodnodraselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny jako druhá frakce vysráží při normální provozní teplotě tj. 15 až 25 °C kyselinou chlorovodíkovou imid kyseliny o-sulfobenzoové /sacharinu/, který se odstředí a usuší.

Takto vyrobený imid obsahuje nečistoty jako o-toluensulfonamid, p-toluensulfonamid a kyselinu p-sulfamoylbenzoovou v celkovém množství až do 5 % hmotn. Toto množství nečistot v produktu je podstatně sníženo použitím způsobu výroby podle vynálezu, který využívá stoupající rozpustnosti nečistot úměrně s teplotou a spočívá v tom, že srážení druhé frakce se provádí z naředěného roztoku sodnodraselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny mírným přebytkem kyseliny chlorovodíkové za vysoké teploty roztoku v rozmezí + 85 až + 95 °C do úplného vysrážení imidu z roztoku.



Výhoda vynálezu spočívá hlavně v jednoduchosti provedení, a tím v ekonomické výhodnosti oproti dosud známým metodám, které používají pro odstranění nečistot buď jejich extrakci z vyrobeného imidu, anebo převádějí ve vodě nerozpustný imid na rozpustnou sodnou sůl, kterou čistí krystalizací a z krystalů rozpuštěných ve vodě znovu srážejí imid vykyselením.

Oba způsoby vyžadují samostatné technologické zařízení se zvláštní obsluhou a při jejich využívání zvyšují se ztráty na výrobku, což zhoršuje ekonomické parametry. Vynález umožňuje využít v podstatě stávající technologické zařízení a nevyžaduje rozšíření obsluhy.

Vyrobenný imid vyhovuje svojí kvalitou světovým lékopisům.

P ř í k l a d

Roztok sodnodraselných solí kyseliny o-sulfamoylbenzoové ve vodě, získaný z oxidace o-toluensulfonamidu po vysrážení první frakce a odfiltrování sraženiny, se naředí na hodnotu cca 10 % hmot. Potom se zahřeje na teplotu min. 85 °C a sráží se zvolna za míchání přidáváním 15% /hmot. %/ kyseliny chlorovodíkové tak dlouho, pokud vypadávají další krystaly imidu o-sulfobenzoové kyseliny /sacharinu/, tj. prakticky mírným přebytkem kyseliny.

Po skončení srážení se kapalina nad vypadlými krystaly imidu ihned odsaje a krystaly se dekantují teplou /60 °C/ vodou. Potom se imid odfiltruje /odstředí/ a usuší. Získaný produkt obsahuje 99,6 až 99,9 % imidu o-sulfobenzoové kyseliny, teplota tání produktu v rozmezí 227 °C až 228 °C.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby imidu kyseliny o-sulfobenzoové vysoké čistoty oxidací o-toluensulfon-amidu a frakčním srážením vzniklého roztoku sodnodraselných solí o-sulfamoylbenzoové kyseliny kyselinou chlorovodíkovou v mírném přebytku, vyznačující se tím, že se sráží při teplotě roztoku v rozmezí 85 až 95 °C kyselinou chlorovodíkovou až do úplného vysrážení imidu, který se pak izoluje po případné dekantaci vodou o teplotě 60 °C.