



0070 149/22

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38417

Kl. 12 o, 23/03

Jan Bartz

Poznań, Polska

Witold Hahn

Poznań, Polska

Sposób otrzymywania soli kwasu tioglikolowego z dużą wydajnością

Patent trwa od dnia 16 sierpnia 1954 r.

Otrzymywanie kwasu tioglikolowego, zwłaszcza w postaci soli amonowej, połączone jest z wielu niedogodnościami, przyczym wydajność przy stosowaniu sposobu siarczowego wynosi w najlepszym razie 60%.

Inny sposób otrzymywania kwasu tioglikolowego polega na działaniu na kwas chlorooctowy tiomocznikiem i następnym traktowaniu niewyodrębnionego produktu kondensacji roztworem wodorotlenku sodowego w atmosferze azotu. Po skończonej reakcji roztwór zakwasza się i ekstrahuje kwas tioglikolowy eterem. Sposób ten jest dogodniejszy od wyżej wymienionego sposobu siarczowego, jednakże wydajność jego, obliczona w stosunku do użytego kwasu chlorooctowego, nie jest na ogół większa, niż w pierwszym przypadku.

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymanie nadzwyczaj czystej, od razu gotowej soli kwasu tioglikolowego w bardzo dobrej wydajności, sięgającej do 95%. Sposób polega na tym, że kondensację kwasu chlorooctowego w postaci jego soli sodowej przeprowadza się w ściśle obojętnym wodnym roztworze z stechiometryczną ilością tiomocznika. W takich warunkach następuje ilościowe wytrącenie się 2-imino-tiazolidonu, który daje się odsączyć i przemyć. Ten osad po oczyszczeniu hydrolizuje się w wodnej zawieszinie za pomocą ługu sodowego, użytego w ilości nie większej niż około 10% stechiometrycznie wymaganej ilości, przy równoczesnym utrzymywaniu atmosfery amoniaku ponad roztworem lub też przy przedmuchiwaniu amoniaku poprzez roztwór. W wyniku otrzymuje się roztwór soli amonowej kwasu tioglikolowego, który poddaje się ekstrakcji dowolnym

rozpuszczalnikiem organicznym, np. eterem, w celu usunięcia z produktu reakcji zanieczyszczeń powstałych podczas hydrolizy. Po oddzieleniu warstwy rozpuszczalnika pozostaje czysty roztwór soli amonowej kwasu tioglikolowego w prawie teoretycznej wydajności.

Przykład. W kolbie o pojemności jednego litra rozpuszcza się 94,5 g technicznego kwasu jednochlorooctowego w 190 ml wody. Roztwór kwasu zobojętnia się przez stopniowe dodawanie 54 g bezwodnego Na_2CO_3 , aż do odczynu obojętnego. Do tak uzyskanego roztworu jednochlorooctanu sodowego dodaje się roztworu tiomocznika, otrzymanego przez rozpuszczanie 76 g tiomocznika technicznego w 350 ml wody, na kąpeli wodnej w temperaturze 70°C . Roztworu tiomocznika dodaje się do roztworu jednochlorooctanu sodowego, ogrzanego do temperatury 50°C , przy czym po zakończeniu dodawania roztworu tiomocznika dodaje się jeszcze tyle sody, ażeby pH roztworu wynosiło 7. Następnie kolbę utrzymuje się przez $\frac{1}{2}$ godziny w temperaturze 70°C , w którym to czasie następuje wytrącenie się osadu 2-imino-4-tiazolidonu. Osad odsącza się i przemywa, po czym umieszcza się go w kolbie trójtubusowej, zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne i wlot gazowy. Do kolby z osadem dodaje się 200 ml 10-%owego amoniaku i 10 g wodorotlenku sodowego i ogrzewa mieszając do temperatury $70\text{--}80^\circ\text{C}$, przy przepuszczaniu słabego strumienia gazowego amoniaku. Po zakończeniu hydrolizy roztwór poddaje się trzykrotnej ekstrakcji za pomocą 50 ml eteru,

w celu usunięcia powstałego podczas hydrolizy dwucyjanodwuamidu.

Wodny roztwór soli amonowej zawiera 85 g kwasu tioglikolowego, co stanowi ponad 90% wydajności w przeliczeniu na użyty kwas jednochlorooctowy. Roztwór ten zawiera czystą sól amonową kwasu tioglikolowego i nadaje się do dalszej przeróbki lub innych zastosowań.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania soli kwasu tioglikolowego z dużą wydajnością, znamienny tym, że kwas jednochlorooctowy kondensuje się z tiomocznikiem w środowisku obojętnym i odsącza i przemywa powstały krystaliczny produkt reakcji, który następnie poddaje się hydrolizie w atmosferze amoniaku przy użyciu ługu sodowego w ilości nie większej niż około 1/10 ilości stechiometrycznie wymaganej.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że z otrzymanego, w wyniku hydrolizy, roztworu soli kwasu tioglikolowego wyługowuje się za pomocą rozpuszczalnika organicznego zanieczyszczenia, stanowiące uboczne produkty reakcji hydrolizy.

Jan Bartz
Witold Hahn

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych