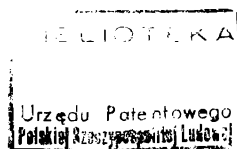


29 listopada 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



Cofd 91/04

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 441.

Kl. 12 o 18.

Société Chimique des Usines du Rhône, anciennement
Gilliard, P. Monnet et Cartier,
 Paryż (Francja).

Metoda wytwarzania sacharyny.

Zgłoszono: 20 stycznia 1921 r.

Udzielono: 14 sierpnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 24 stycznia 1920 r. dla zastrz. 1 (Francja), 25 czerwca 1920 r. dla zastrz. 2 i 3 (Niemcy)

Niniejszy sposób ma na celu nową metodę fabrykacji sacharyny, przez utlenianie ortho-tolueno-sulfamidu.

Pierwszej próby utleniania ortho-tolueno-sulfamidu dokonał w r. 1875 Ira Remsen, który w tym celu stosował mieszaninę sulfo-chromową (Liebig's Annalen, tom 178 str. 304). Próba ta w zupełności zawiodła. Wówczas powzięto myśl stosowania innych środków utleniających oraz nadmanganianu potasu, którymi tenże badacz wraz ze swym współpracownikiem Fahlbergiem się posługiwali, co ich doprowadziło w r. 1879 do odkrycia sacharyny (Berichte, tom 12, str. 469).

Od tego czasu zostały ogłoszone liczne sposoby utleniania o-tolueno-

sulfamidu, z których to sposobów kilka drogą elektro-chemiczną. Ale zdaje się być pewnem, że nie starano się powrócić do pierwotnej metody Remsena i nie próbowano utleniania drogą czysto-chemiczną o-tolueno-sulfamidu przez wyłączną mieszaninę sulfo-chromową, z wyłączeniem roztworu organicznego.

Obecnie wykryto, że można przygotować sulfamid o-benzoesowy, działając zwyczajnie na o-toluen-sulfamid mieszaniną sulfochromową. Utlenianie to zapewnia bardzo dobrą wydajność przy odpowiednim doborze roztworu kwasu siarczanego, oraz warunków potrzebnych do reakcji jako to: temperatury i czasu mieszania. Dobry rezultat działania nie jest bynajmniej zależny od okoliczności,

czy mieszaniną, w której się odbywa reakcja, jest płynem jednostajnym; nawet przeciwnie, znaczna część mieszaniny może się znajdować w stanie stałym.

Sposób, stanowiący przedmiot wynalazku, jest bardzo łatwy w zastosowaniu, a wykonanie jego nie jest ograniczone do jakiegokolwiek poszczególnej operacji.

Tak np., co się tyczy czynników reakcji, nie potrzebujemy wcale trzymać się przy ich mieszanii jakiegokolwiek ściśle określonego porządku. Poza tem można działać albo odrazu, lub też przez stopniowe dodawanie odczynników.

Kwas siarczany można też podzielić w stosunkach bardzo rozmaitych pomiędzy produktem utleniającym i amidem, nim te dwa związki zostaną ze sobą zmieszane.

Aby utworzyć mieszaninę sulfochromową, można stosować, albo wolny kwas chromowy, lub też dwuchromiany.

Co się zaś tyczy warunków operowania, to można im nadawać niezliczoną ilość odmian.

W szczególności otrzymuje się dobre rezultaty przy użyciu kwasu siarczanego w stężeniu od 50 do 75%, temperatura może się wahać w najrozleglejszych granicach, stosownie do zawartości kwasu. Może też być z korzyścią przeprowadzenie reakcji w ten sposób, że znaczna część ortho-tolueno-sulfamidu, wchodząca w działanie, pozostaje w końcu reakcji nienaruszoną.

Po ukończeniu reakcji następuje chłodzenie, o ile jest ono potrzebne, poczem filtrujemy całą masę, po uprzednim odpowiedniem rozcieńczeniu, o ile to było wskazane. W ten sposób otrzymuje się nierozpuszczalny sulfamid orthobenzoowy, który się oddziela, sposobami powszechnie znanymi, od mogącego znaleźć się jednocześnie w produkcie ortho-tolueno-sulfamidu.

Roztwór kwasu siarczano-chromowego, po uwolnieniu od nadmiaru kwasu siarczanego, posiada doniosłe zastosowania techniczne, lub też może służyć jako produkt pierwotny (surowiec) do fabrykacji soli chromowych krystalicznych. Jednocześnie można też regenerować kwas chromowy zapomocą elektrolizy.

Przykład 1.

Do 50 części kwasu siarczanego 50%, z dodaniem 10 części kwasu chromowego, ogrzanych do 35° C i dobrze wymieszanych, dodaje się roztwór przygotowany z:

ortho-tolueno-sulfamidu 8 części.
kwasu siarczanego . . 20 części.

Utrzymuje się temperaturę pomiędzy 35° C i 40° C, dopóki pierwotna barwa czerwona mieszaniny nie zamieni się wyraźnie na zieloną. Wówczas wylewa się mieszaninę reakcji na 7 kg lodu i otrzymuje się przez filtrowanie mieszaninę sacharyny i orto-tolueno-sulfamidu, które się oddziela jedną z metod zwykłych, stosowanych w tym celu.

Przykład 2.

Miesza się, poruszając, 270 części dwuchromianu potasu i 1400 części kwasu siarczanego 55%. Utrzymując temperaturę pomiędzy 35° C i 45° C, dodaje się następnie 160 części ortho-tolueno-sulfamidu, a gdy masa reakcyjna przybierze barwę zieloną, wstrzymuje się reakcję i oddziela sulfamidortobenzoowy przez filtrację.

Przykład 3.

Miesza się 500 części kwasu siarczanego 50° Bé i 80 części orthotolueno-sulfamidu, poczem, utrzymując temperaturę na 25° C i mieszając bezustannie, dodaje się 120 części dwuchromianu sodu.

Gdy reakcja jest skończoną, wlewa się do 500 części wody i otrzymuje się przez filtrowanie sacharynę nierozpuszczalną.

Aby ją oddzielić od ortho-toluenosulfamid u nienaruszonego, z którym jest zmieszana, działa się na mieszaninę roztworem wodnym sody i filtruje roztwór, poczem strąca się za pośrednictwem kwasu mineralnego sulfamid ortho-benzoesowy czysty.

Wydałości, tak co do amidu przekształconego, jak również i z punktu widzenia użytkowania środka utleniającego, znacznie się polepszają, gdy reakcja się odbywa w obecności niektórych metali, jako to: żelaza, chromu, manganu... i t. p. metali lub połączeń tychże.

Szczególnie zasługuje na zastosowanie do tego celu siarczan chromu. Korzystne jest użytkowanie kwaśnego roztworu siarczanu chromu, otrzymywanego jako produkt poboczny w przykładach poprzednich, do którego dodaje się stężonego kwasu siarczanego, aby doprowadzić do pożądanej koncentracji, oraz postępuje się jak wskazano poprzednio.

Otrzymujemy w ten sposób prawie teoretyczną przemianę amidu; przeszło 80% używalnego tlenu z kwasu chromowego można zużytkować.

Przykład 4.

Do mieszaniny 140 g kwasu siarczanego (62,5%), 30 g dwuchromianu sodu i 3 g siarczanu żelaza, dodaje się

16 g o-tolueno-sulfamid u, mieszając w ciągu 12 godzin w temperaturze od 30—60°; następnie mieszaninę wlewa się do wody i oddziela amid nie przekształcony, o ile takowy pozostał, podług jednej ze zwykłych metod.

Przykład 5.

Miesza się 375 części kwasu siarczanego (75%) ze 125 częściami kwaśnego roztworu siarczanu chromu, otrzymanego według przykładu 2-go, a następnie dodaje się 120 części dwuchromianu sodu i 80 części o-tolueno-sulfamid u, wszystko to miesza się silnie przy 30°, dopóki barwa mieszaniny nie stanie się czysto-zieloną, poczem postępuje się jak wskazano powyżej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu sacharyny, znamieny przez utlenianie ortotoluenosulfamid u mieszaniną sulfochromową.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny przez dodawanie metali jako to: żelaza, chromu, manganu, albo połączeń tych metali, do mieszaniny utleniającej sulfo-chromowej.

3. Metoda według zastrz. 1 i 2, znamienna przez zastosowanie w charakterze dodatku do mieszaniny utleniającej roztworu kwaśnego siarczanu chromu, otrzymywanego jako produkt poboczny w trakcie procesu.

Société Chimique des Usines du Rhône, anciennement Gilliard, P. Monnet et Cartier.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.