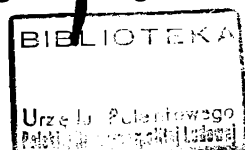


URZĄD PATENTOWY



607 ob 89/02



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 38656

Kl. 12 q, 28

Fabryka Odczynników Chemicznych\*)  
Przedsiębiorstwo Państwowe  
Gliwice, Polska

### Sposób otrzymywania cyklicznego bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego

Patent trwa od dnia 21 lutego 1955 r.

Wynalazek dotyczy nowego sposobu otrzymywania cyklicznego bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego, służącego jako surowiec do syntezy indykatorów grupy sulfoftaleiny. Sposobem według wynalazku można łatwo i szybko otrzymać duże ilości produktu. Znane i opisane w literaturze sposoby, jak działanie na kwaśną sól amonową lub potasową kwasu o-sulfobenzoesowego chlorkiem tionylu lub tlenochlorkiem, wymagają stosowania dużych ilości toksycznych substancji, przy czym czas reakcji jest bardzo długi.

Sposób według wynalazku polega na zastosowaniu do otrzymywania cyklicznego bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego, zamiast powszechnie używanego chlorku tionylu — bezwodnika kwasu octowego. Kwaśną sól amonową kwasu o-sulfobenzoesowego ogrzewa się z nadmiarem bezwodnika kwasu octowego. Wytworzony w czasie reakcji kwas octowy oraz nadmiar bezwodnika kwasu octowego oddestylowuje się następnie pod ciśnieniem zwykłym,

pozostałość destyluje się pod ciśnieniem zmniejszonym.

Przykład. W kolbie destylacyjnej pojemności 8 l umieszcza się 1500 g suchej, kwaśnej soli amonowej kwasu o-sulfobenzoesowego o procentowej zawartości nie niższej niż 93,5%, oraz 6000 g bezwodnika kwasu octowego o procentowej zawartości nie niższej niż 90%. Kolbę ogrzewa się na siatce palnikiem gazowym do łagodnego wrzenia cieczy, a gdy cała sól amonowa ulegnie rozpuszczeniu oddestylowuje się kwas octowy i nadmiar bezwodnika octowego tak długo, aż temperatura destylujących par wyniesie 136°C — co trwa zwykle około 2—3 godzin.

Pozostałą ciecz przenosi się do kolby Claisse na pojemności 2 l i pod zmniejszonym (około 50 mm Hg) ciśnieniem oddestylowuje się resztę bezwodnika kwasu octowego. Po całkowitym oddestylowaniu bezwodnika octowego obniża się ciśnienie w aparaturze do około 3 mm Hg i destyluje bezwodnik o-sulfobenzoesowy. Bezwodnik o-sulfobenzoesowy destyluje przy ciśnieniu 3 mm Hg w temperaturze 175—180°C.

\*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Henryk Szymura.

Tak otrzymany surowy produkt posiada temperaturę topnienia 116°—124°C i jest czasami zabarwiony na żółto z odcieniem brązowym.

Ponowna destylacja produktu surowego w próżni daje produkt biały, bardzo dobrze kondensujący się z fenolem, tymolem, o-chlorofenolem i innymi na odpowiednie sulfoftaleiny. Z podanej ilości surowców otrzymać można 1 kg

cyklicznego bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania cyklicznego bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego, znamienny tym, że do cyklizacji stosuje się bezwodnik octowy.

Fabryka Odczynników Chemicznych  
Przedsiębiorstwo Państwowe