

CO4c 43/22



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43278

Kl. 12 q, 14/02

Mgr inż. Romuald Bogoczek

Chorzów, Polska

Sposób hydrolizy związków dwuazoniowych

Patent trwa od dnia 8 listopada 1957 r.

Znany jest proces hydrolizy związków dwuazoniowych, za pomocą którego otrzymuje się związki fenolowe. W procesie tym obok związku fenolowego powstaje również dość znaczna ilość smoły, która obniża wydajność produktu oraz zanieczyszcza go, w przypadku gdy pozostaje on w roztworze hydrolitycznym.

Stwierdzono, że można usunąć tę niedogodność a równocześnie zwiększyć wydajność produktu, jeżeli do roztworu hydrolitycznego doda się mocznik w ilości 5 — 8% w stosunku do roztworu hydrolitycznego.

Należy podkreślić, że dodawanie małych ilości mocznika do roztworu dwuazoniowego po ukończonym dwuazowaniu w celu związania wolnego kwasu azotowego jest znane. Jednakże stosowane dotychczas ilości mocznika nie zabezpieczają przed powstawaniem smoły, a wydajność gotowego produktu jest niska. Np. dla gwajakolu wydajność wynosi około 40%, podczas gdy w sposobie według wynalazku wynosi 80 — 90%. Roztwór hydrolityczny z dodatkiem mocznika jest poza tym około 10-krot-

nie bardziej trwały aniżeli bez wspomnianego dodatku.

Przykład I. Zimny roztwór dwuazoniowy otrzymany ze 120 części wagowych o-anizydyny, 240 części wagowych 50%-ego kwasu siarkowego i 330 części wagowych 20%-ego roztworu azotynu sodowego do którego dodano 1 część wagową mocznika w celu cofnięcia odczynu utleniającego, wprowadza się do wrzącego roztworu hydrolitycznego o składzie 200 części wagowych siarczanu miedzi, 200 części wody, 6 części wagowych stężonego kwasu siarkowego oraz 20 części wagowych mocznika. Przez roztwór ten przepuszcza się intensywnie strumień przegrzanej pary wodnej w celu oddestylowania produktu. Destylat zawierający wodę, gwajakol, nieco anizolu, przerabia się w znany sposób, otrzymując 100 — 110 części wagowych krystalicznego gwajakolu o temperaturze topnienia 28°C.

Przykład II. Zimny roztwór dwuazoniowy otrzymany ze 120 części wagowych aldehydu p-aminobenzoesowego, 300 części wagowych

50%-ego kwasu siarkowego i 340 części wagowych 20%-ego roztworu azotynu sodowego, po dodaniu 1,5 litra 50%-ego roztworu mocznika w celu cofnięcia odczynu utleniającego, wprowadza się stopniowo do roztworu hydrolytycznego o temperaturze około 130°C składającego się ze 185 części wody, 100 części wagowych kwasu siarkowego i 15 części wagowych mocznika. Po wprowadzeniu całej ilości roztworu dwuazoniowego i zaprzestaniu wydzielania się azotu roztwór oziębia się. Krystalizuje wtedy prawie czysty aldehyd p-oksyben-

zoowy, który odsącza się. Po jednorazowym przekrystalizowaniu otrzymuje się około 110 części wagowych czystego produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób hydrolizy związków dwuazoniowych za pomocą wrzącego roztworu hydrolytycznego, znamienny tym, że stosuje się roztwór hydrolytyczny zawierający 5 — 8% mocznika.

Mgr inż. Romuald Bogoczek