

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48659

Patent dodatkowy
do patentu 45157

Zgłoszono: 24.VI.1963 (P 101 974)

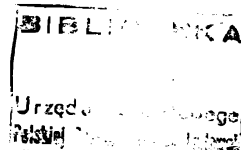
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.XI.1964

Kl 12 q, 3

MKP C 07 c 143/58

UKD



Twórca wynalazku: inż. Mirosław Kazimierzak

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy, Bydgoszcz
(Polska)

Sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego

1

W patencie nr 45 157 jest opisany sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego polegający na oksyredukcji kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego za pomocą 5—10%-ego ługu sodowego w obecności nieorganicznych katalizatorów w postaci tlenków żelaza, miedzi, manganu, dodawanych do reakcji w ilości 35—95 g na litr reagującej masy.

Sposób według patentu nr 45 157 wykazywał w skali technicznej tę niedogodność, że każdorazowo po zakończeniu procesu oksyredukcji trzeba było za pomocą filtracji oddzielać katalizator od masy poreakcyjnej. W wyniku operacji filtrowania powstawały znaczne straty produktu, który nie dawał się odmyć od katalizatora. Duża gęstość masy poreakcyjnej, powodowana obecnością zawieszonego w niej katalizatora, uniemożliwiała poza tym całkowite zredukowanie kwasu 2-nitro-4-sulfobenzoesowego, co również odbijało się niekorzystnie na wydajności procesu. Dodatkową wadą sposobu według patentu nr 45 157 stanowiło erozyjne działanie katalizatora na ścianki reaktora, w której przeprowadza się proces oksyredukcji.

Stwierdzono, że niedogodności tych można uniknąć, jeżeli katalizator umieścić w kolumnie reakcyjnej na stałe między taśmami dwóch siatek zwiniętych w „bełę” i poprzez kolumnę przepuszczać alkaliczny roztwór kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego z równoczesnym doprowadzaniem do kolumny powietrza. Okazało się bowiem, że obecność powietrza w środowisku reakcji jest bar-

2

dzo korzystna dla procesu, ponieważ katalizatory powodują również czynny udział tlenu w reakcji utleniania grupy metylowej kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego.

Po skończeniu oksyredukcji sposobem według wynalazku otrzymuje się roztwór kwasu 4-sulfoantranilowego z domieszką kwasu 2-nitro-4-sulfobenzoesowego, który daje się bez trudności przeprowadzić w kwas 4-sulfoantranilowy za pomocą redukcji cynkiem lub żelazem, co dodatkowo wpływa na zwiększenie wydajności procesu. Zużycie katalizatora wynosi 1,2 g na 1000 g produktu na 9,5 godziny.

Przykład. Do reaktora nalewa się 1500 ml wody oraz 520 g 35%-go ługu sodowego i roztwór wprowadza za pomocą pompy w ruch cyrkulacyjny poprzez kolumnę, zawierającą jako wypełnienie 300 g hopkalitu to jest $\text{MnO}_2 \cdot \text{CuO}$, umieszczonego między dwiema zwiniętymi w „bełę” siatkami o oczkach 0,08 mm. Równocześnie do reaktora dozuje się w temperaturze 95°—102°C w czasie 2 godzin 520 g kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego, a na przewodzie za pompą wtłacza do roztworu powietrze.

Po zakończeniu oksyredukcji roztwór przesyła się do innego reaktora i znanymi sposobami przeprowadza redukcję kwasu 2-nitro-4-sulfobenzoesowego opłukami żeliwnymi lub pyłem cynkowym. Z kolei odfiltrowuje się tlenki żelaza lub cynku

i otrzymuje 16—18%-wy roztwór kwasu 4-sulfoantranilowego z wydajnością 80% teorii. Z roztworu wydziela się produkt gotowy. Wydajność końcowa produktu wynosi 60% teorii.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego według patentu nr 45157 przez oksyredukcję kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego za pomocą 5—10%-ego ługu sodowego w obecności katalizatora w postaci tlenków żelaza, lub tlenków żelaza

z tlenkami miedzi i manganu, znamienny tym, że katalizator umieszcza się na stałe między siatkami jako wypełnienie kolumny reakcyjnej i poprzez kolumnę cyrkuluje się alkaliczny roztwór kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego z równoczesnym doprowadzaniem do środowiska reakcji powietrza, a następnie zawarty w roztworze poreakcyjnym kwas 2-nitro-4-sulfobenzoesowy redukuje znanymi środkami redukującymi, np. żelazem lub pyłem cynkowym i z masy poredukcyjnej po odfiltrowaniu tlenków metali wydziela kwas 4-sulfoantranilowy.