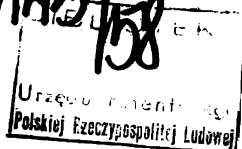


Opublikowano dnia 23 września 1961 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45157

Kl. 12 q, 3

Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy*)

Bydgoszcz, Polska

Sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego

Patent trwa od dnia 26 października 1959 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego przez oksy-redukcję kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego za pomocą ługu sodowego w obecności nieorganicznych katalizatorów.

Dotychczas znany sposób otrzymywania kwasu 4-sulfoantranilowego polega na ogrzewaniu kwasu 2-nitro-tolueno-4-sulfonowego w temperaturze 102–105°C z 20%-wym roztworem ługu sodowego. Sposób ten, jakkolwiek znacznie prostszy i dwukrotnie tańszy od innych znanych metod otrzymywania kwasu 4-sulfoantranilowego, jest jednakże mało wydajny, przy czym kwas 4-sulfoantranilowy otrzymany tym sposobem zawiera zanieczyszczenia barwne (pochodne dwubenzylu i stilbenu), które utrudniają lub też w ogóle uniemożliwiają stosowanie go w przemyśle barwników.

Stwierdzono doświadczalnie, że ilość amin po oksy-redukcji nie jest przy tym znanym sposo-

bie równoznaczna z ilością kwasu 4-sulfoantranilowego. Okazało się, że roztwór po oksy-redukcji zawiera również, powstały z kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego w procesie oksy-redukcji, kwas 2-aminotolueno-4-sulfonowy, który jest przyczyną powstawania wspomnianych zanieczyszczeń barwnych.

Niedogodność tę usuwa sposób według wynalazku oparty na stwierdzeniu, że proces oksy-redukcji przebiega najkorzystniej przy stężeniu 5–10%-wym ługu sodowego w masie reagującej oraz przy zastosowaniu katalizatorów w postaci tlenków żelaza lub tlenków żelaza z tlenkami manganu i miedzi, o stężeniu 35–95 g na litr reagującej masy. Ilość katalizatora zależy przy tym od jego składu i aktywności. Katalizatory odgrywają tutaj rolę środka aktywującego tlen atomowy w przegrupowaniu oksy-redukcji, wynikiem czego jest powstawanie obok kwasu 4-sulfoantranilowego kwasu 2-nitro-4-sulfobenzoesowego. Ten ostatni nie tworzy ubocznych produktów kondensacji pochodnych dwubenzylu i stilbenu tak jak kwas 2-aminotolueno-4-sulfo-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. Mirosław Kazimierzczak.

nowy, występujący przy dotychczas znanym sposobie oksyredukcji.

Kwas 2-nitro-4-sulfobenzoesowy, można zredukować znanymi środkami redukującymi, np. pyłem cynkowym, do kwasu 4-sulfoantranilowego, uzyskując dzięki temu znacznie większą jego wydajność.

Kwas 4-sulfoantranilowy, otrzymany sposobem według wynalazku, jest dostatecznie czysty i może być stosowany z roztworu po oksyredukcji i po dodatkowym doredukowaniu do dalszego przerobu, np. przez dwuazowanie — do barwników azowych lub przez acylację fosgenem — do bezwodnika kwasu 7-sulfoizatowego, stosowanego w produkcji barwników pologenowych.

Wydajność kwasu 4-sulfoantranilowego w roztworze wynosi 70–80%, a po wydzieleniu produktu z roztworu 50–60% wydajności teoretycznej.

Wynalazek jest bliżej wyjaśniony w poniżej podanych przykładach.

Przykład I. 78 g kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego rozpuszcza się w 300 ml wody, dodaje 130 g szlamu poredukcyjnego z produkcji analiny o zawartości około 50% Fe_3O_4 i 36 g ługu sodowego. Całość ogrzewa się w czasie 8–12 godzin w temperaturze 102–105°C. Po zakończeniu oksyredukcji tlenki żelaza odłącza się a roztwór z przesączu doredukowuje się pyłem cynkowym i oczyszcza z węglem aktywnym. Uzyskuje się 60–62,5 g kwasu 4-sulfoantranilowego w postaci 10–12%-owego roztworu wodnego, co stanowi 78–80% wydajności teoretycz-

nej. Z roztworu tego wydziela się około 47,8 g kwasu 4-sulfoantranilowego, co stanowi 60% wydajności teoretycznej.

Przykład II. 78 g kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego rozpuszcza się w 300 ml wody, dodaje się 40 g mieszaniny tlenków manganu, miedzi i żelaza o składzie: MnO_2 — 30%, Fe_3O_4 — 20% i CuO — 50% oraz 36 g ługu sodowego. Dalej postępuje się jak w przykładzie I, uzyskując zbliżone wyniki.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 4-sulfoantranilowego przez oksyredukcję kwasu 2-nitrotolueno-4-sulfonowego przy użyciu ługu sodowego, znamienny tym, że proces prowadzi się przy użyciu 5–10%-owego ługu sodowego w obecności tlenków żelaza lub tlenków żelaza z tlenkami manganu i miedzi, a następnie z zawiesiny po oksyredukcji odsąca się wyżej wymienione tlenki, przy czym zawarty w roztworze obok kwasu 4-sulfoantranilowego kwas 2-nitro-4-sulfobenzoesowy redukuje się znanymi środkami redukującymi, np. pyłem cynkowym w celu przeprowadzenia go w kwas 4-sulfoantranilowy, a następnie roztwór oczyszcza węglem aktywnym i wydziela gotowy produkt.

Zakłady Chemiczne w Bydgoszczy

Zastępca: inż. Józef Felkner
rzecznik patentowy