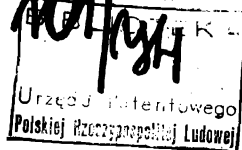


Opublikowano dnia 31 października 1961 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45034

Kl. 12 q, 6/02

Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“ *)
Przedsiębiorstwo Państwowe
Zgierz, Polska

Sposób wytwarzania kwasu 4-amino-2-hydroksybenzoesowego

Patent trwa od dnia 25 maja 1960 r.

Znany dotychczas sposób wytwarzania kwasu 4-amino-2-hydroksybenzoesowego polega na działaniu dwutlenkiem węgla na m-aminofenolan potasowy w środowisku wodnym w obecności kwaśnego węglanu potasowego, w temperaturze 110—115°C, pod ciśnieniem 20—25 atmosfer.

Wadą tego sposobu jest niska wydajność procesu, wynosząca zaledwie około 60% teorii, jak również zła jakość otrzymywanego produktu, co bardzo utrudnia dalszy jego przerób na produkt o czystości farmakopealnej.

Według innego znanego sposobu kwas 4-amino-2-hydroksybenzoesowy otrzymuje się przez działanie dwutlenkiem węgla na suchy sproszkowany m-aminofenol w obecności węglanu potasowego w podwyższonej temperaturze w piecu obrotowym. Sposób ten ze względu na koniecz-

ność stosowania w nim skomplikowanej aparatury jest w zastosowaniu praktycznym bardzo uciążliwy.

Stwierdzono, że kwas 4-amino-2-hydroksybenzoesowy można wytwarzać z wysoką wydajnością i o wysokiej czystości, działając dwutlenkiem węgla na zawiesinę m-aminofenolu i węglanu potasu w środowisku estrów kwasu octowego nasyconych alkoholi alifatycznych o trzech, czterech i pięciu atomach węgla lub ich mieszanin, w nieobecności wody, w temperaturze 140—160°C i pod ciśnieniem 10—30 atmosfer.

W wyniku otrzymuje się produkt z wydajnością powyżej 90% teorii i z zawartością poniżej 0,3% nieprzereagowanego m-aminofenolu. Dzięki temu przeróbka produktu technicznego na produkt o czystości farmakopealnej jest bardzo prosta i łatwa.

Prócz tego w sposobie według wynalazku uzyskuje się 3-4-krotne zwiększenie szybkości

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Michał Marciniak i Roman Kroluk.

reakcji katalizowanej, co pozwala na znaczne lepsze wykorzystanie aparatury produkcyjnej.

Przykład I. Do autoklawu nalewa się 400 części octanu amylu, następnie przy uruchomionym mieszadle nasypuje 218 części m-aminofenolu, 500 części węglanu potasowego oraz 20 części siarczynu potasowego, po czym wleciwa się sprężony dwutlenek węgla do uzyskania ciśnienia 25 atmosfer.

Zawartość autoklawu ogrzewa się do 150°C i w tej temperaturze utrzymuje w ciągu 4 godzin.

W czasie procesu, w miarę spadku ciśnienia, uzupełnia się je do 15 atmosfer przez dodawanie sprężonego dwutlenku węgla. Po zakończeniu procesu zawartość autoklawu studzi się do 50–60°C, odpowietrza, miesza z wodą i opróżnia autoklaw.

Do masy reakcyjnej dodaje się jeszcze tyle wody, aby w sumie było jej 2400 części.

Octan amylu oddziela się od roztworu wodnego i po przemyciu wodą i wysuszeniu zwraca do procesu.

Ciecz z przemywania dodaje się do głównej masy roztworu wodnego zakwasza go kwasem solnym i wydzielony chlorowodorek kwasu 4-amino-2-hydroksybenzoesowego odsacza.

Otrzymuje się 347 części produktu, co stanowi 91,5% wydajności teoretycznej, w stosunku do, użytego m-aminofenolu.

Przykład II. Sposób postępowania jak w przykładzie I, z tą różnicą, że zamiast 400 części octanu amylu stosuje się 400 części octanu butylu. Otrzymuje się 349 części produktu, co stanowi 92% wydajności teoretycznej.

Przykład III. Sposób postępowania jak w przykładzie I, z tą różnicą, że zamiast 400 części octanu amylu stosuje się mieszaninę estrów otrzymanych z kwasu octowego i alkoholi脂肪owych. Wydajność reakcji wynosi 90–92% teorii.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu 4-amino-2-hydroksybenzoesowego przez działanie na m-aminofenol w obecności węglanu potasowego dwutlenkiem węgla, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w bezwodnym środowisku estrów kwasu octowego nasyconych alkoholi szeregu alifatycznego w temperaturze 140–160°C i pod ciśnieniem 10–30 atmosfer.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako środowisko, reakcji stosuje się estry kwasu octowego nasyconych alkoholi alifatycznych o trzech, czterech i pięciu atomach węgla.

Zakłady Przemysłu Barwników
„Boruta”

Przedsiębiorstwo Państwowe