

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

62531

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12 q, 26

Zgłoszono: 24.VI.1967 (P 121 331)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 07 d, 63/16

Opublikowano: 25.III.1971

UKD

Współtwórcy wynalazku: Tadeusz Zdrojek, Wanda Żurek, Danuta Żyto

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)

Sposób oczyszczania technicznych kwasów tiofenodwukarboksy- lowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania technicznych kwasów tiofenodwukarboksy-
lowych.

Kwasy te są zanieczyszczone substancjami ubocznymi, które powstają w wyniku reakcji towarzyszących zasadniczym, pożądanym przemianom chemicznym lub przez destrukcję surowców lub produktów. Zanieczyszczenia te stanowią związki o złożonej budowie chemicznej, jak np. pochodne kwasu tetrahydrotiofenodwukarboksy-
lowego, kwasu dwuchloroadypinowego, kwasu mukonowego, związki merkaptanowe itp.

Usuwanie zanieczyszczeń dokonuje się zwykle przez destylację, ekstrakcję, krystalizację lub przeprowadzenie oczyszczonej substancji w związki trudniej lub łatwiej rozpuszczalne. Dzięki temu można łatwiej oczyścić główny związek.

Znany sposób oczyszczania technicznych kwasów tiofenodwukarboksy-
lowych przedstawiony w francuskim opisie patentowym nr 1 308 392 zaleca przeprowadzenie technicznego kwasu tiofenodwukarboksy-
lowego w sole sodowe w obecności węgla aktywnego i ponowne wytrącenie go kwasem siarkowym.

Podanym wyżej sposobem można oczyścić jedynie kwas tiofenodwukarboksy-
lowy w postaci jasnego proszku, który zawiera tylko kilka procent zanieczyszczeń.

W praktyce przemysłowej surowy kwas tiofenodwukarboksy-
lowy zawierać może nawet 30—70%

2

zanieczyszczeń i wówczas metoda wyżej przytoczona jest nieprzydatna do jego oczyszczania nawet przy zastosowaniu ponad 500% węgla aktywnego.

Użycie tak dużej ilości węgla aktywnego stwarza bardzo duże trudności techniczne bez gwarancji uzyskania czystego produktu.

Czynności przeprowadzenia kwasu w sól sodową i traktowanie roztworu węglem aktywnym należy powtarzać niejednokrotnie parę razy przy czym nie gwarantuje to także całkowitego oczyszczenia produktu. Takie postępowanie powoduje również znaczne straty samego kwasu tiofenodwukarboksy-
lowego, który absorbuje się na węglu aktywnym.

Dodatkową niedogodnością tej metody jest powstawanie osadu o konsystencji mazistej, który jest trudny do odfiltrowania, przy czym czynność ta nawet w skali laboratoryjnej trwa do kilku a nawet kilkunastu godzin.

Wymienione trudności eliminuje prawie całkowicie sposób według wynalazku, który opiera się na znanej zasadzie oczyszczania kwasów, przez wytrącanie z nich zanieczyszczeń jonami metali jedno lub dwuwartościowych.

Stwierdzono przy tym, że w procesie oczyszczania kwasów tiofenodwukarboksy-
lowych w etapie poprzedzającym oddzielenie stałych zanieczyszczeń od produktu lub w momencie odfiltrowywania osadu, niejednokrotnie występują zakłócenia po-

legające na samorzutnym wytrącaniu się produktu z roztworu.

Wytrącanie się w niepożądanym momencie produktu w postaci stałej jest bardzo niekorzystne, gdyż praktycznie uniemożliwia oczyszczanie kwasu.

Przyczyny tych zakłóceń są nie wyjaśnione. Wynikają one prawdopodobnie z budowy strukturalnej kwasów tiofenodwukarboksylowych, które podczas oczyszczania mogą ulec izomeryzacji przestrzennej i w wyniku tego powodować niepożądane wytrącanie tych kwasów razem z zanieczyszczeniami.

Stwierdzono, że powyższe niedogodności można wyeliminować, jeżeli po potraktowaniu technicznych kwasów tiofenodwukarboksylowych wodorotlenkiem baru lub wapnia, wprowadzi się do zalkalizowanego roztworu reakcyjnego dodatek octanu ołowiawego.

W tych warunkach zanieczyszczenia, których ilość sięgać może nawet kilkudziesięciu procent, zostają przeprowadzone w nierozpuszczalne związki, łatwe do odfiltrowania, natomiast czysty kwas tiofenodwukarboksylowy przechodzący do roztworu wytrąca się dopiero po oddzieleniu zanieczyszczeń z przesączu, za pomocą kwasów mineralnych.

Sposób według wynalazku umożliwia oczyszczanie technicznego produktu, nawet znacznie zanieczyszczonego, przy czym otrzymany produkt zawiera 95—99% czystego kwasu tiofenodwukarboksylowego, co stwierdzono na drodze spektrofotometrii w podczerwieni.

Techniczny produkt po oczyszczeniu zmienia barwę z czarnej lub ciemnobrunatnej na białą.

Przykład. Do 100 kg technicznego kwasu tiofenodwukarboksylowego, o zawartości około 40% zanieczyszczeń, umieszczonego w reaktorze z mieszałem, dodaje się 350 kg 6% roztworu wodnego wodorotlenku barowego oraz około 5 kg octanu ołowiawego, po czym roztwór reakcyjny miesza około 5 minut i następnie filtruje. Przesącz zakwasza się kwasem solnym do wartości pH = około 1 i czysty kwas tiofenodwukarboksylowy oddziela na filtrze i suszy.

W celu otrzymania kwasu tiofenodwukarboksylowego o wysokiej czystości czynność oczyszczania można powtórzyć biorąc ponadto około 15 kg węgla aktywowanego. Otrzymuje się około 51 kg czystego produktu, który zawiera około 95% czystego związku, a po ponownym oczyszczeniu uzyskuje się około 42 kg, 98—99% kwasu tiofenodwukarboksylowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania technicznych kwasów tiofenodwukarboksylowych przez wytrącanie zanieczyszczeń roztworami wodorotlenków metali, **znamienny tym**, że na kwasy tiofenodwukarboksylowe działa się roztworem wodnym wodorotlenku barowego lub wapniowego i po zalkalizowaniu środowiska wprowadza octan ołowiawy, po czym czyste kwasy tiofenodwukarboksylowe, po oddzieleniu wytrąconych zanieczyszczeń, wytrąca się w znany sposób za pomocą kwasów mineralnych.