



(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **147456**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **30.04.91**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.12.93 BOPI nr. 12/93

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 81981

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **Institutul Politehnic, Iași, RO**

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Chiriță Mihai, Oprea Spiridon, Iași, RO**

(54) Procedeu de obținere a 4,4'-dihidroxidifenilsulfonei

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de obținere a 4,4'-dihidroxidifenilsulfonei, utilizată, în special, la prepararea tananților de sinteză, prin sulfonarea fenolului cu acid sulfuric monohidratat, în care, în scopul creșterii randamentului de reacție

în amestecul de reactanți agitat și încălzit, se introduce clorbenzen, se încălzește, 4...5 h, la 150...160°C pentru distilarea azeotropului, se aduce soluția la pH=8...8,5 cu NaOH și, în final, se cristalizează din apă.

Revendicări: 1

RO 107653 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de preparare a 4,4'-dihidroxi-difenilsulfonei, intermediar valoros utilizat la prepararea tananților de sinteză, a unor coloranți pentru vopsirea fibrelor sintetice, a unor produse de ignifugare și produse electroizolante.

Sunt cunoscute procedee de sinteză a 4,4'-dihidroxi-difenilsulfonei prin reacția fenolului cu: acid sulfuric concentrat cu anhidridă sulfurică, în prezența acidului fluorhidric sau acidului fluorsulfonic, care prezintă dezavantaje cu privire la durata de reacție, la agenții chimici foarte agresivi utilizați, la prețul de cost și la randamentele de reacție.

Scopul invenției este de a crește randamentul conversiei și de a aplica o tehnologie accesibilă care să minimalizeze prețul de cost.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este creșterea vitezelor de reacție și, ca urmare, a randamentului.

Procedeu, conform invenției, de obținere a 4,4'-dihidroxi-difenilsulfonei prin sulfonarea fenolului cu acid sulfuric monohidratat folosește un raport între reactanți de 2:1, iar după agitare și încălzire la 80...100°C, timp de 3...4 h, se adaugă 0,15 moli clorbenzen și se încălzește 4...5 h, la 150...160°C, pentru distilarea azeotropului, se corectează valoarea pH-ului masei de reacție la 8...8,5 cu soluție de 30% NaOH, se fierbe cu apă și cărbune activ și se cristalizează din apă la pH = 5...6.

Invenția prezintă avantajul că furnizează un procedeu simplu care nu necesită utilaj special și minimizează prețul de cost al produsului, în comparație cu procedeele cunoscute.

Se dă, în continuare, un exemplu de

realizare a invenției.

Într-un balon cu patru gâturi, prevăzut cu agitator, termometru, pâlnie de picurare, baie de încălzire, se introduc 2 moli fenol proapăt distilat și, sub agitare, se adaugă în fir subțire, timp de o oră, un mol de acid sulfuric monohidratat, temperatura ridicându-se la 100°C, se continuă agitarea, timp de 2...3h, când se adaugă 0,15 moli clorbenzen, se montează un refrigerent descendent, se continuă agitarea și se ridică temperatura la 150...160°C, timp de 4...5 h, se corectează pH-ul la valoarea de 8...8,5 cu o soluție de 30% NaOH, se toarnă masa de reacție într-un vas cu apă fierbinte, se fierbe cu cărbune activ, se filtrează, se concentrează soluția, se răcește la 20...25°C, se corectează pH-ul la valoarea de 5...6, 4,4'-dihidroxi-difenilsulfona se cristalizează, se purifică prin recristalizare.

Randamentul reacției este de 76...80% raportat la fenol. Acesta scade puternic cu numărul de recristalizări.

Revendicare

Procedeu de obținere a 4,4'-dihidroxi-difenilsulfonei prin sulfonarea fenolului cu acid sulfuric monohidratat, caracterizat prin aceea că folosește un raport în greutate de 2:1 între reactanți, iar după amestecare și încălzire timp de 3...4 h la 80...100°C, se adaugă 0,15 moli clorbenzen și se încălzește 4...5 h la 150...160°C pentru distilarea azeotropului, se corectează valoarea pH-ului masei de reacție la 8...8,5 cu soluție de 30% NaOH, se fierbe cu apă și cărbune activ, se cristalizează din apă la pH = 5...6.

Președintele comisiei de invenții: dr.ing.Paraschiv Adriana
Examinator: ing.Ionescu Bucura