

Opublikowano dnia 8 kwietnia 1957 r.

C09 b 57/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 39949

Kl. 22

a, 57/00

Józef Chrzęszczewski

Łódź, Polska

Marian Kosiński

Łódź, Polska

Mieczysław Wroński

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania wskaźników sulfoftaleinowych

Patent trwa od dnia 19 kwietnia 1956 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania wskaźników sulfoftaleinowych, stosowanych do ustalania wartości pH.

Znana metoda wytwarzania wskaźników sulfoftaleinowych polega na wytwarzaniu bezwodnika kwasu o-sulfobenzoesowego jedną ze znanych metod, wyodrębnianiu bezwodnika z masy reakcyjnej i kondensowaniu oczyszczonego bezwodnika z fenolem lub jego pochodną, przy czym jako bezwodniki wytwarza się również chlorobezwodniki.

Wydatność wskaźników sulfoftaleinowych wytwarzanych metodą wyżej opisaną jest bardzo niska i wynosi najwyżej 30% wydajności teoretycznej, co wpływa na znaczne podrożenie produktu. Taka niska wydajność jest spowodowana całym szeregiem przyczyn, z których naj-

ważniejszą przyczyną jest wytwarzanie wskaźników sulfoftaleinowych w dwóch odrębnych procesach.

Stwierdzono, że wytwarza się wskaźniki sulfoftaleinowe ze znacznie większą wydajnością sięgającą do 80% wydajności teoretycznej, jeżeli proces wytwarzania przeprowadza się w jednym okresie przy użyciu jako środka kondensującego pięciotlenku fosforu.

Sposób według wynalazku polega na, tym że sól, np. sól amonową, kwasu o-sulfobenzoesowego ogrzewa się z fenolem, np. z krezołem, tymolem lub pirokatechiną, w obecności pięciotlenku fosforu. Pięciotlenku fosforu dodaje się w ilości stechiometrycznej.

Przykład. 1 mol wysuszonej soli amonowej i kwasu o-sulfobenzoesowego zadaje się

pięciotlenkiem fosforu, wziętym w ilości 1,5 mola, i ogrzewa przy ciągłym mieszaniu do temperatury 180°C, utrzymując ją aż do stopienia się masy reakcyjnej, co trwa około 30 minut. Następnie temperaturę masy reakcyjnej obniża się do 135°C i dodaje 2 mole tymolu oraz 0,5 mola pięciotlenku fosforu.

Kondensację prowadzi się w temperaturze 135°C w ciągu trzech godzin, po czym masę reakcyjną poddaje się destylacji z parą wodną, w celu usunięcia nieprzereagowanego tymolu. Po oddestylowaniu tymolu z roztworu wydzielają się zielone kryształki błękitu tymolowego, które po odsączeniu poddaje się krystalizacji z alkoholu. Wydajność wskaźnika wynosi 70—80% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania wskaźników sulfoftaleinowych, znamienny tym, że sól, np. sól amonową, kwasu o-sulfobenzoesowego ogrzewa się z fenolem, np. z krezolem, tymolem lub pirokatechiną, w obecności pięciotlenku fosforu.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że pięciotlenek fosforu stosuje się w ilości stechiometrycznej.

Józef Chrzęszczewski
Marian Kosiński
Mieczysław Wroński

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych