



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 09.09.76 (P. 192309)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.78

Opis patentowy opublikowano: 20.08.1979

CZYSLNIA

Urzędu Patentowego
Polski Rejestru i Ładny

Int. Cl.² C07C 139/14
C07C 143/28

Twórcy wynalazku: Stanisław Łuczyn, Jerzy Wasilewski, Elżbieta Lipińska-Łuczyn, Józef Wiercioch, Joanna Karbowskiak

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”, Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Sposób stabilizacji barwy monohydratu kwasu p-toluenosulfonowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób stabilizacji barwy monohydratu kwasu p-toluenosulfonowego. Kwas p-toluenosulfonowy posiada zastosowanie jako odczynnik chemiczny, katalizator reakcji estryfikacji, polikondensacji i polimeryzacji, a w związku z tym stosowany jest jako dodatek utwardzający chemoutwardzalne tworzywa sztuczne i lakiery. We wszystkich tych przypadkach, a w szczególności w przypadku zastosowania kwasu p-toluenosulfonowego jako odczynnika chemicznego czy jako dodatku do białych lub jasnych lakierów, powinien on wykazywać wysoką czystość, a kolor jego powinien być zbliżony do białego.

Znanych jest wiele sposobów otrzymywania kwasu p-toluenosulfonowego, jego oczyszczania i krystalizacji. Oczyszczanie technicznego kwasu p-toluenosulfonowego jest przedmiotem wielu opracowań technicznych, gdyż barwę i jakość produktu pogarszają zanieczyszczenia. Efekt oczyszczania jest niejednokrotnie niweczony przez niewłaściwe przechowywanie kwasu p-toluenosulfonowego.

Kwas p-toluenosulfonowy nie jest odporny na działanie światła i powietrza, pod wpływem których zmienia się jego barwa; produkt różowieje, co zmniejsza jego aktywność i ogranicza stosowanie. Aby zapobiec zmianom zalecone jest przechowywanie kwasu p-toluenosulfonowego w ciemnych opakowaniach, bez dostępu światła i powietrza.

Znane są substancje chemiczne, które dodane w niewielkiej ilości do innych związków zapobiega-

2

ją zachodzącym w nich niekorzystnym zmianom chemicznym, przerywając łańcuchowe reakcje rozkładu, wywołane przez rodniki powstające pod działaniem tlenu i światła. Substancje te — to stabilizatory i antyutleniacze; powinny być one aktywne w małych stężeniach, nietoksyczne, tanie i nie powinny pogarszać innych właściwości substancji, którą stabilizują.

Do znanych antyutleniaczy, najczęściej stosowanych, należą fenole i aminofenole oraz aminy aromatyczne, rzadziej stosuje się związki heterocykliczne i fosforyny, czasem działanie antyutleniające wykazuje sadza. Natomiast różne związki stabilizowane są przez różne substancje i tak na przykład stearynian ołowiu, wapnia czy kadmu stabilizuje tworzywo PCV; tworzywo to stabilizują ponadto związki epoksydowe oraz pochodne mocznika. Do znanych stabilizatorów nadtlenu wodoru należą rozcieńczony kwas siarkowy, mocznik, kwas salicylowy. Chemiczne sposoby oraz stabilizatory barwy kwasu p-toluenosulfonowego nie są znane.

Celem wynalazku było znalezienie takiego sposobu stabilizacji monohydratu kwasu p-toluenosulfonowego, aby pod wpływem działania światła i powietrza nie zmieniał on barwy w czasie przechowywania.

Istota stabilizacji barwy monohydratu kwasu p-toluenosulfonowego polega na tym, że do wodnego 68—85% wodnego roztworu kwasu p-tolueno-

sulfonowego ogrzanego do temperatury 60–100°C wprowadza się mocznik w postaci stałej lub w roztworze wodnym w ilości mniejszej lub co najwyżej równej 0,5% wagowych w stosunku do masy roztworu, a następnie roztwór poddaje się krystalizacji, płatkowaniu lub granulacji w znany sposób.

Sposobem według wynalazku wodny roztwór mocznika lub mocznik w postaci stałej wprowadza się do zbiornika, w którym znajduje się przygotowany do krystalizacji stężony wodny roztwór kwasu p-toluenosulfonowego; po wymieszaniu zawartości zbiornika przystępuje się do wydzielania kwasu p-toluenosulfonowego w postaci jego monohydratu, a czynności te wykonuje się w znany sposób.

Otrzymany kwas nie zmienia barwy w czasie magazynowania i jest odporny na działanie światła i powietrza. Wprowadzona do roztworu ilość mocznika nie zmienia własności fizyko-chemicznych kwasu p-toluenosulfonowego.

Przykład I. Do roztworu o temperaturze 60–65°C, zawierającego 73,9% wagowych kwasu p-toluenosulfonowego, 25,4% wagowych wody i 0,7% wagowych H_2SO_4 wprowadzono 0,3% wagowych technicznego mocznika krystalicznego. Roztwór ochłodzono, a monohydrat wydzielono w znany sposób.

Otrzymany monohydrat w postaci kryształów posiadał barwę białą, temperaturę topnienia w granicach 91,4–100°C, a jego wodne i metanolowe roztwory były klarowne i bezbarwne. Produkt taki poddano działaniu światła, powietrza i czasu, a jego własności porównano z krystalicznym monohydratem kwasu p-toluenosulfonowego, posiadającym również białą barwę i temperaturę topnienia w granicach 91,4–100°C, dającym wodne i metanolowe roztwory bezbarwne i klarowne ale krystalizowanym bez dodatku mocznika. Po upływie 1 tygodnia próbka kwasu bez dodatku mocznika zaróżowiła się, a próbka oceniana nie zmieniła barwy, temperatury topnienia obydwu próbek nie uległy zmianie.

Roztwory wodne i metanolowe ocenianej próbki były nadal klarowne i bezbarwne, podczas gdy

kwas bez dodatku mocznika dawał roztwory różowe i lekko mętne. Badana próbka nie zmieniła swoich własności po upływie 6 miesięcy, a różowa barwa kwasu krystalizowanego bez dodatku mocznika pogłębiała się; również i jego roztwory były coraz ciemniejsze i mniej klarowne.

Przykład II. Do roztworu o temperaturze 70–75°C, zawierającego 68% wagowych kwasu p-toluenosulfonowego, 31,4% wagowych wody i 0,6% H_2SO_4 wprowadzono 0,2% wagowych mocznika, roztwór wymieszano, a następnie ochłodzono i wydzielono monohydrat w znany sposób.

Otrzymany produkt posiadał własności takie same, jak kwas opisany w przykładzie I i nie zmieniał swojej barwy ani własności w czasie.

Przykład III. Do roztworu o temperaturze 75–80°C, zawierającego 85% wagowych kwasu p-toluenosulfonowego 14,2% wagowych wody, 0,8% H_2SO_4 wprowadzono 0,5% wagowych mocznika.

Roztwór wymieszano, a następnie ochłodzono i wydzielono monohydrat w znany sposób. Wydzielony monohydrat wykazywał własności analogiczne, jak monohydrat opisany w poprzednich przykładach.

Przykład IV. Do roztworu kwasu opisanego w przykładzie I dodano 0,1% wagowych mocznika i przeprowadzono dalsze postępowanie, jak w przykładzie I z tym tylko, że temperatura roztworu wynosiła 90–98°C. Otrzymany monohydrat wykazywał własności analogiczne, jak otrzymany w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób stabilizacji barwy monohydratu kwasu p-toluenosulfonowego, **znamienny tym**, że do wodnego 68–85% roztworu kwasu p-toluenosulfonowego, ogrzanego do temperatury 60–100°C, wprowadza się mocznik w postaci stałej lub w roztworze wodnym w ilości mniejszej lub co najwyżej równej 0,5% wagowych w stosunku do masy roztworu, a następnie roztwór podaje się krystalizacji, płatkowaniu lub granulacji w znany sposób.