

Opublikowano dnia 8 maja 1963 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46829

Kl. 12 q, 32/10
Kl. internat. C 07 c

Zdzisław Grzymalski
Brzeg, Polska

Franciszek Mirek
Gliwice, Polska

Sposób otrzymywania wysokoprocentowego krystalicznego para-aminofenolu

Patent trwa od dnia 12 grudnia 1960 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób bezpośredniego otrzymywania wysokoprocentowego krystalicznego p-aminofenolu z jego wodnego roztworu otrzymanego w toku elektrolizy wodnej emulsji odpowiednich nitro-związków aromatycznych.

W wyniku elektrolizy oprócz p-aminofenolu powstają związki dobrze rozpuszczalne w środowisku kwaśnym, wytrącające się w czasie neutralizacji przy wyodrębnianiu produktu z roztworu. Skutkiem tego otrzymany produkt jest niskoprocentowy o ciemnej barwie, ograniczony w zastosowaniu bez dodatkowego oczyszczania.

Niedogodności tych nie posiada sposób według wynalazku, w myśl którego procesu neutralizacji roztworu, otrzymanego w toku elektrolizy nie

prowadzi się wprost do wytrącenia produktu, lecz stopniowo, w sposób kontrolowany uzyskuje się coraz wyższe wartości pH łącznie z wartością nieco poprzedzającą wytrącanie się p-aminofenolu. W zakresie tym wytrącają się wszystkie produkty uboczne a w roztworze pozostaje jedynie p-aminofenol. Do neutralizacji używa się substancji gazotwórczych np. węglanów alkalicznych lub innych środków alkaliczujących w połączeniu z przedmuchiwaniem roztworu gazami obojętnymi. Neutralizację można prowadzić również przy kombinacji tych czynników.

Pod wpływem czynnika gazowego i swych właściwości hydrofobowych produkty uboczne zbierają się na powierzchni roztworu w postaci ciemnobrunatnych smół. Te substancje

smoliste usuwa się z powierzchni roztworu w sposób mechaniczny. Z tak uwolnionego od zanieczyszczeń roztworu, po doprowadzeniu go do $\text{pH} = 8$, wypada już tylko sam p-aminofenol.

Po odwirowaniu produkt przemywa się alkoholem metylowym i suszy w niezbyt wysokiej temperaturze. W ten sposób usuwa się resztki produktów ubocznych oraz stwarza atmosferę redukcyjną w czasie suszenia, kiedy to p-aminofenol jest szczególnie skłonny do utleniania się.

Tak otrzymany wysokoprocentowy produkt o barwie jasnocielistej, nie traci swych właściwości nawet przy dłuższym przechowywaniu.

Przykład. Do naczynia 16-litrowego (kwasoodpornego) wprowadza się 5 litrów roztworu otrzymanego po przeprowadzeniu do końca elektrolizy nitrozwiązku w wodnym roztworze kwasu siarkowego. Temperatura roztworu wynosi $60\text{--}80^\circ\text{C}$, skład (w 1 litrze): $100\text{--}120\text{ g}$ p-aminofenolu, $200\text{--}250\text{ g}$ H_2SO_4 . Następnie porcjami, stale mieszając, dodaje się $1,5\text{--}1,8\text{ kg}$ kwaśnego węglanu amonowego (zależnie od początkowego stężenia kwasu siarkowego). Pod koniec zobojętniania dodaje się nieco (10 g) kwaśnego siarczynu sodowego, celem utworzenia redukcyjnej atmosfery. Podczas procesu neutralizacji zbiera się powstające substancje

smoliste i odrzuca. Po doprowadzeniu do $\text{pH} = 8$, roztwór wraz z wytrąconym p-aminofenolem przenosi się do wirówki, gdzie następuje odwirowanie roztworu od gotowego produktu. W dalszym ciągu produkt przemywa się $0,5\text{ l}$ alkoholu metylowego i po odwirowaniu od resztek alkoholu, przenosi na tace do suszenia. Proces suszenia przebiega w temperaturze około 80°C w celu uniknięcia utlenienia produktu. Po wysuszeniu produkt gotowy jest do użytku.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób otrzymywania wysokoprocentowego krystalicznego para-aminofenolu z jego wodnego roztworu otrzymanego w toku elektroredukcji odpowiednich nitrozwiązków aromatycznych za pomocą rozkładających się z wydzielaniem gazów środków alkalicznych znamienny tym, że środki alkaliczne wprowadza się do roztworu stopniowo, przy czym następuje stopniowe wydzielanie zanieczyszczeń smołowych, które usuwa się, a następnie z tak uwolnionego roztworu wydziela się krystaliczny para-aminofenol.

Zdzisław Grzymalski

Franciszek Mirek