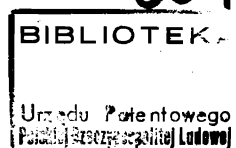


e04 c 143



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 40578

Kl. 12 o, 23/01

Instytut Barwników i Półproduktów *)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania kwasu 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowego

Patent trwa od dnia 6 lutego 1957 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowego.

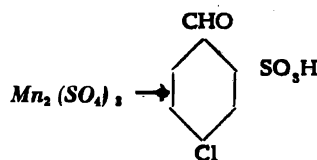
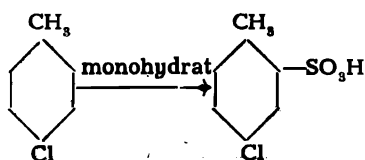
Znane jest otrzymywanie kwasu 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowego przez redukcję żelazem kwasu 4,4'-dwunitrostilbeno-2,2'-dwusulfonowego w wyniku redukcji otrzymuje się kwas 4,4'-dwaaminostilbeno-2,2'-dwusulfonowy, który poddany reakcji Sandmayer'a (zamiana grupy aminowej na chlor) i utlenieniu z rozczepieniem, przechodzi w kwas 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowy.

Znane jest również otrzymywanie kwasu 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowego z kwasu 4-nitrotolueno-2-sulfonowego. Kwas 4-nitro-

tolueno-2-sulfonowy redukuje się żelazem, następnie duazuje azotynem sodowym. W produkcie reakcji wymienia się grupę aminową na grupę chlorową przez reakcję Sandmayer'a z CuCl . Otrzymuje się kwas 4-chlorotolueno-2-sulfonowy, który poddany utlenieniu wobec pasty $\text{Mn}_2(\text{SO}_4)_3$ przechodzi w kwas 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowy.

W odróżnieniu od wyżej opisanych metod, w sposobie według wynalazku stosuje się jako surowiec wyjściowy, p-chlorotoluen, który poddaje się sulfonowaniu. Otrzymany kwas 4-chlorotolueno-2-sulfonowy utlenia się następnie za pomocą siarczanu manganowego $\text{Mn}_2(\text{SO}_4)_3$ bez uprzedniego wyodrębniania go z masy posulfonacyjnej, do kwasu 4-chlorobenzaldehydo-2-sulfonowego.

Reakcja przebiega następująco:



*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest mgr Edyta Boboli.

Sposób według wynalazku wykazuje szereg zalet w porównaniu ze znanymi metodami. Jako produkt wyjściowy stosuje się w tym sposobie łatwo dostępny p—chlorotoluen. Poza tym proces syntezy jest uproszczony, gdyż polega jedynie na sulfonowaniu i utlenianiu, bez wydzielania przejściowego produktu (kwasu 4—chlorotolueno—2—sulfonowego) z masy posulfonacyjnej.

Sposób według wynalazku pozwala ponadto na znaczne skrócenie czasu trwania syntezy i uzyskanie wyższej wydajności procesu (80% wydajności teoretycznej w przeliczeniu na produkt wyjściowy) w porównaniu z dotychczas znanymi metodami.

Przykład. 221 części wagowych p—chlorotoluenu sulfonuje się 710 częściami wagowymi monohydratu w temperaturze 100°C. Otrzymaną masę posulfonacyjną rozcieńcza się 285 częściami wagowymi wody i 953 częściami wagowymi kwasu siarkowego 66°Be.

Oddzielnie przygotowuje się pastę utleniającą z $Mn_2(SO_4)_3$ w następujący sposób: 479,5 części wagowych (w przeliczeniu na 100%-wy) siarczanu manganowego miesza się z 543 częściami wagowymi wody. Po zmieszaniu dodaje się 411 części wagowych H_2SO_4 66°Be i utrzymuje temperaturę reakcji na poziomie 40°C. Następnie wprowadza się w przeciągu 20—40 minut 311,2 części wagowych (w przeliczeniu na 100%-wy) dwutlenku

manganu, po czym temperaturę masy reagującej podnosi się w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny do 120°C utrzymuje w tej temperaturze przez 2 godziny.

Po ochłodzeniu, rozcieńcza się pastę przy ciągłym mieszaniu 325 częściami wagowymi wody w celu uzyskania w niej 56%-ego stężenia kwasu siarkowego.

Do tak przygotowanej pasty wprowadza się w temperaturze 40°C, w ciągu 1-ej godziny, przygotowaną rozcieńczoną masę posulfonacyjną. Po tym czasie podgrzewa się masę przy ciągłym mieszaniu, w ciągu 2 godzin do temperatury 120°C.

Powstaje sól manganowa kwasu 4—chlorobenzaldehydo—2—sulfonowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 4—chlorobenzaldehydo—2—sulfonowego, znamienny tym, że jako surowiec wyjściowy stosuje się chlorotoluen, który sulfonuje się za pomocą monohydratu, a otrzymany produkt sulfonowania, bez uprzedniego wyodrębniania go z masy posulfonacyjnej, utlenia się za pomocą siarczanu manganowego $Mn_2(SO_4)_3$.

Instytut Barwników
i Półproduktów

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych