



C 07c 103/30

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38966

Kl. 12o, 16

Łódzki Związek Spółdzielni Pracy *)
Łódź, Polska

Sposób wytwarzania izonitrozoacetanilidu

Patent trwa od dnia 18 marca 1955 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania izonitrozoacetanilidu, który stanowi produkt przejściowy do wytwarzania izatyny.

Jest rzeczą znaną z patentu niemieckiego nr 313725 wytwarzanie izolitrozoacetanilidu za pomocą szeregu reakcji przy czym początkowo wytwarzaną sól sodową dwusulfonianu hydroksyloaminy poddaje się przemianie za pomocą kwasu siarkowego na siarczan hydroksyloaminy, a następnie do siarczanu hydroksyloaminy dodaje się wodzianu chloralu oraz aniliny i gotuje w ciągu godziny. Po ostudzeniu roztworu reakcyjnego wydzielają się kryształy izonitrozoacetanilidu, które odsącza się i suszy.

Opisany wyżej sposób wytwarzania izonitrozoacetanilidu wymaga wstępnego wytwarzania wodzianu chloralu w postaci krystalicznej; następnie hydrolizy soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy na siarczan hydroksyloaminy za pomocą kwasu siarkowego przy długotrwa-

łym ogrzewaniu, przy czym dalszej reakcji siarczanu hydroksyloaminy z wodzianem chloralu oraz aniliną otrzymuje się izonitrozoacetanilid z małą wydajnością.

Stwierdzono, że otrzymuje się izonitrozoacetanilid z wydajnością około dwukrotnie większą, jeżeli reakcję przeprowadzać w obecności siarczanu sodowego bezpośrednio z solą sodową dwusulfonianu hydroksyloaminy, bez jej hydrolizy za pomocą kwasu siarkowego. Sposób według wynalazku polega na traktowaniu kwaśnego siarczynu sodowego azotynem sodowym w temperaturze nie przekraczającej 20°C przy ciągłym mieszanii, przy czym do wodnego roztworu kwaśnego siarczynu wlewa się cienkim strumieniem wodny roztwór azotynu sodowego, po czym roztwór reakcyjny nasycy się dwutlenkiem siarki aż do reakcji kwaśnej na papierek Kongo. Do roztworu wytworzonej soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy dodaje się następnie w temperaturze około 60°C chloralu technicznego, siarczanu sodowego

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są: inż. Leon Krupiński, inż. Stanisław Dyniewicz, inż. Jadwiga Warzywoda i mgr Danuta Domowicz.

i aniliny, po czym mieszaninę reakcyjną ogrzewa do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze jeszcze w ciągu 30—60 minut pod chłodnicą zwrotną.

Chloralu dodaje się tyle, aby stosunek wagowy soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy do chloralu wynosił 1:0,24. Do roztworu soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy dodaje się tyle bezwodnego siarczanu sodowego, aby w temperaturze pokojowej wytworzył się roztwór nasycony. Aniliny dodaje się tyle, aby stosunek wagowy soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy do aniliny wynosił 1:0,11.

Przykład. 27 kg roztworu kwaśnego siarczynu sodowego o zawartości około 27% SO_2 ochładza się lodem do temperatury około 20°C. Do 45 kg drobno potłuczonego lodu wsypuje się w osobnym naczyniu 6,3 kg azotynu sodowego i miesza aż do jego rozpuszczenia się, po czym do wytworzonego roztworu wlewa się cienkim strumieniem oziębiony roztwór kwaśnego siarczynu, przestrzegając, aby temperatura mieszaniny reakcyjnej nie przekroczyła 20°C. Następnie roztwór wysyca się gazowym SO_2 aż do reakcji kwaśnej na papierek Kongo. Każdorazowo analizuje się otrzymany roztwór na zawartość soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy. Przeciętą zawartość soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy w roztworze wynosi około 172 g/litr.

Do 15 litrów tak otrzymanego przesączonego roztworu, ogrzanego do temperatury 60°C, dodaje się przy ciągłym mieszaniu 620 g chloralu technicznego i wsypuje 3 kg bezwodnego siarczanu sodowego czystego, a po jego rozpuszczeniu się wlewa 284 g aniliny, ogrzewa do

wrzenia pod chłodnicą zwrotną i utrzymuje w temperaturze wrzenia jeszcze w ciągu 45 minut.

Po ostudzeniu roztworu odsąca się wydzielone kryształy izonitrozoacetanilidu, przemywa wodą i suszy. Wydajność izonitrozoacetanilidu w stosunku do ilości użytej aniliny wynosi 1,2:1,0.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania izonitrozoacetanilidu, znamienny tym, że roztwór kwaśnego siarczynu sodowego traktuje się azotynem sodowym i wysyca gazowym SO_2 , ogrzewa do 60°C, po czym do wytworzonej soli sodowej dwusulfonianu hydroksyloaminy dodaje się chloralu technicznego, aniliny i siarczanu sodowego ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną i utrzymuje w tej temperaturze jeszcze w ciągu 30—60 minut, oziębia masę reakcyjną, odsąca kryształy izonitrozoacetanilidu, przemywa wodą i suszy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że traktowanie roztworu kwaśnego siarczynu sodowego azotynem sodowym i dwutlenkiem siarki przeprowadza się przy energicznym mieszaniu w temperaturze nie przekraczającej 20°C.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że siarczanu sodowego dodaje się w takiej ilości, aby w temperaturze pokojowej wytworzył się roztwór nasycony.

Łódzki Związek Spółdzielni

Pracy

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych