



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

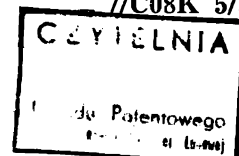
Zgłoszono: 23.04.77 (P. 197607)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 06.11.78

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1980

Int. Cl.²
C07C 149/20
//C08K 5/36



Twórcy wynalazku: Władysław Longin Małaśnicki, Edyta Boboli, Oksana Pietraszkiewicz, Jerzy Rzeszowski, Teresa Potocka-Smolka

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kwasu betamerkaptopropionowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu beta-merkaptopropionowego stosowanego jako półprodukt do wytwarzania stabilizatorów do polichlorku winylu.

Znany jest sposób wytwarzania kwasu beta-merkaptopropionowego z kwasu beta-chloropropionowego jako produktu wyjściowego, polegający na poddawaniu go reakcji z ksantogienanem sodowym i następnej hydrolizie otrzymanego kwasu etanoksanogienopropionowego wodorosiarczkiem sodowym w etanolu. Sposób ten wymaga użycia toksycznego i palnego dwusiarczku węgla, siarkowodoru oraz dużych ilości etanolu, chloroformu i eteru naftowego.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że kwas beta-merkaptopropionowy można otrzymać z chlorku tiuronowego, poddając go hydrolizie wodnymi roztworami alkaliów, najlepiej wodnym roztworem wodorotlenku sodowego lub wodą amoniakalną i zakwaszając otrzymaną masę poreakcyjną wodnym roztworem kwasu nieorganicznego, korzystnie wodnym roztworem kwasu solnego lub siarkowego. Otrzymany kwas beta-merkaptopropionowy ekstrahuje się rozpuszczalnikiem organicznym jak octan etylowy, ekstrakt zateża, a surowy produkt poddaje się destylacji próżniowej.

Chlorek tiuronowy otrzymuje się uprzednio w reakcji kwasu beta-chloropropionowego z tiomocznikiem.

W procesie hydrolizy chlorku tiuronowego sto-

2

suje się wodny roztwór wodorotlenku sodowego, najkorzystniej 46–30% lub wodę amoniakalną w ilości odpowiadającej 3 molom zasady na 1 mol chlorku tiuronowego. Masę poreakcyjną zakwasza się kwasem solnym, najkorzystniej 35–20%, lub kwasem siarkowym, najkorzystniej 25–10% do pH 3–4.

Hydrolizę przeprowadza się w temperaturze poniżej 100°C, a wykwaszanie masy po hydrolizie w temperaturze poniżej 30°C.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie kwasu beta-merkaptopropionowego z wysoką wydajnością w wodzie, przy wysokim stężeniu reagentów, w sposób prosty i w warunkach nie zagrażających zdrowiu i bezpieczeństwu zatrudnionych.

Przykład I. 4 mole kwasu beta-chloropropionowego i 4,2 mola tiomocznika ogrzewa się w 560 cm³ wody w ciągu 4,5 godzin w temperaturze 80–85°, po czym w atmosferze azotu wlewa się 1370 g 35% wodnego roztworu wodorotlenku sodowego, nie zmieniając temperatury masy reakcyjnej. Po dalszych 15 minutach mieszania, ciecz chłodzi się do temperatury 20° i wlewa 25% kwas solny do pH 3,5 nie przekraczając temperatury 30°. Wydzielony kwas beta-merkaptopropionowy ekstrahuje się octanem etylowym. W zależności od sposobu przeprowadzania ekstrakcji otrzymuje się od 335 do 360 g kwasu beta-merkaptopropiono-

wego, co stanowi 79—85% wydajności teoretycznej.

Przykład II. Do wodnego roztworu soli tiuroniowej, otrzymanego jak w przykładzie I, wlewa się w temperaturze 60—80° 820 g 25% wody amoniakalnej. Postępując dalej jak w przykładzie I otrzymuje się kwas beta-merkaptopropionowy z taką samą wydajnością.

Przykład III. Postępując jak w przykładzie I i stosując w miejsce 25% kwasu solnego, 12% kwas siarkowy, otrzymuje się kwas beta-merkaptopropionowy z równie wysoką wydajnością.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu beta-merkaptopropionowego, **znamienny tym**, że chlorek tiuroniowy

poddaje się hydrolizie alkaliem w środowisku wodnym, w atmosferze azotu, a otrzymany produkt hydrolizy zakwasza się również w atmosferze azotu kwasem nieorganicznym do uzyskania odczynu kwaśnego, po czym wydzielony kwas beta-merkaptopropionowy wyodrębnia w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do hydrolizy stosuje się roztwór wodorotlenku sodowego najkorzystniej 46—30%, lub wodę amoniakalną w temperaturze poniżej 100°.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces zakwaszania prowadzi się przy użyciu kwasu solnego, najkorzystniej 35—20%, lub siarkowego, najkorzystniej 25—10%, w temperaturze poniżej 30°C.