

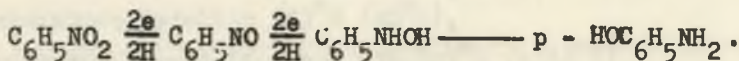
Adam KORCZYŃSKI, Zofia KOCIUMBAS  
Katedra Elektrochemii Technicznej i Elektrometalurgii

BADANIA NAD STABILIZACJĄ P-AMINOFENOLU  
OTRZYMYWANEGO METODĄ ELEKTROCHEMICZNĄ

Paraaminofenol dzięki zdolności redukcyjnej soli srebrowych znalazł szerokie zastosowanie w fotografii jako podstawowy składnik wywoływaczy typu "Rodinal" oraz do syntezy innego rodzaju wywoływaczy fotograficznych np. siarczamu N-metylo-p-aminofenolu (metolu). Oprócz tego stosowany jest w produkcji barwników i preparatów farmaceutycznych. Wyżej wymienione zastosowania wymagają produktu o wysokiej czystości trudnej do uzyskania klasycznymi metodami produkcji np. paraaminofenol metodą Bechampa.

W związku z tym coraz częściej stosuje się metody elektrochemiczne produkcji paraaminofenolu, które obok korzystniejszej ekonomiki produkcji stwarzają możliwość bezpośredniego uzyskiwania produktu o stosunkowo wysokiej czystości.

W szczególności korzystne efekty daje elektrowydobycie nitrobenzenu do paraaminofenolu:



Powstający w czasie reakcji nitrozobenzen jest związkiem niestrawnym i prawie natychmiast redukuje się do fenylhydroksyloaminy, która ulega wewnątrz cząsteczkowemu przegrupowaniu do paraaminofenolu. Przegrupowaniu temu sprzyja wzrost stężenia kwasu siarkowego oraz podwyższona temperatura. Krystaliczny produkt otrzy-

je się w wyniku neutralizacji amoniakiem kwaśnego roztworu siarczanu paraaminofenolu.

W ten sposób otrzymany paraaminofenol, w stanie wilgotnym jest bardzo podatny na utlenienie tlenem powietrza. Utlenienie powoduje powstawanie związków barwnych (do ciemnobrunatnej włącznie), które w znacznym stopniu pogarszają jakość produktu a nawet w niektórych przypadkach uniemożliwiają jego stosowanie.

W związku z tym istnieje problem technologiczny ochrony wilgotnego paraaminofenolu przed utlenieniem w procesie wyodrębniania jego z roztworu i w czasie dalszych operacji do suszenia włącznie oraz stabilizacji suchego produktu w okresie przechowywania. Badania nad rozwiązaniem tego zagadnienia były przedmiotem referowanej pracy.

Cześć doświadczalna. Doświadczenia wykazały, że dla uzyskania paraaminofenolu o jasnej barwie, odpornego na proces utlenienia należy stosować: 1. Oczyszczenie paraaminofenolu od metali ciężkich katalizujących proces utlenienia. 2. Ochronę paraaminofenolu przed utlenieniem w procesie jego wyodrębniania z roztworu. 3. Dodatek stabilizatora uodparniającego produkt na działanie tlenu powietrza.

Ad 1. W celu związania metali ciężkich stosowano: wersenian dwusodowy, wysycanie roztworu siarkowodorem.

Otrzymane wyniki wykazały, że dla uzyskania produktu o jasnej barwie niezbędny jest dodatek do roztworu wersenianu dwusodowego w ilości minimum 20 g/kg produktu.

Ad 2. W charakterze substancji zabezpieczającej paraaminofenol przed utlenieniem w procesie wyodrębniania do roztworu wprowadzano: bezwodny siarczyn sodowy, benzotriazol, kwas benzenosulfinowy, siarczan hydrazyny, chlorowodorek hydroksyloaminy, siarczan hydroksyloaminy. Dodatek bezwodnego siarczynu sodowego w ilości 25 g/kg produktu dawał pozytywne wyniki.

Ad 3. Wyodrębniony produkt przemywano alkoholowymi roztworami następujących stabilizatorów: topanol "0", eter dwumetylowy hydrochinonu, benzotriazol, kwas benzenosulfinowy, wodzian hydrazyny. Przeprowadzone doświadczenia wykazały, że spośród przebadanych związków najskuteczniej stabilizuje wodzian hydrazyny, stosowany w postaci roztworu alkoholowego o stężeniu powyżej 5%.

#### LITERATURA

- [1] Korczyński A.: pat. polski 46829 (1966).
- [2] Korczyński A., Dylewski R.: *Przemysł Chemiczny* **48**, 156 (1969).
- [3] Iliński M.: *Materiały fotograficzne czarno-białe*, Warszawa 1965, str. 181-205.

#### ИССЛЕДОВАНИЯ НАД СТАБИЛИЗАЦИЕЙ 1,4-АМИНОФЕНОЛА ПОЛУЧЕННОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

THE EXPERIMENTS ABOVE THE STABILIZATION OF THE P-AMINOPHENOL  
OBTAINED BY THE ELECTROCHEMICAL METHOD