

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 751**

51 Int. Cl.:

C07C 315/06 (2006.01)

C07C 317/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.02.2005** **E 05733648 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.01.2015** **EP 1723103**

54 Título: **Procedimiento para el tratamiento de ácido 4-beta-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico**

30 Prioridad:

03.03.2004 DE 102004010950

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.04.2015

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

SOMOGYI, LASZLO

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 534 751 T3

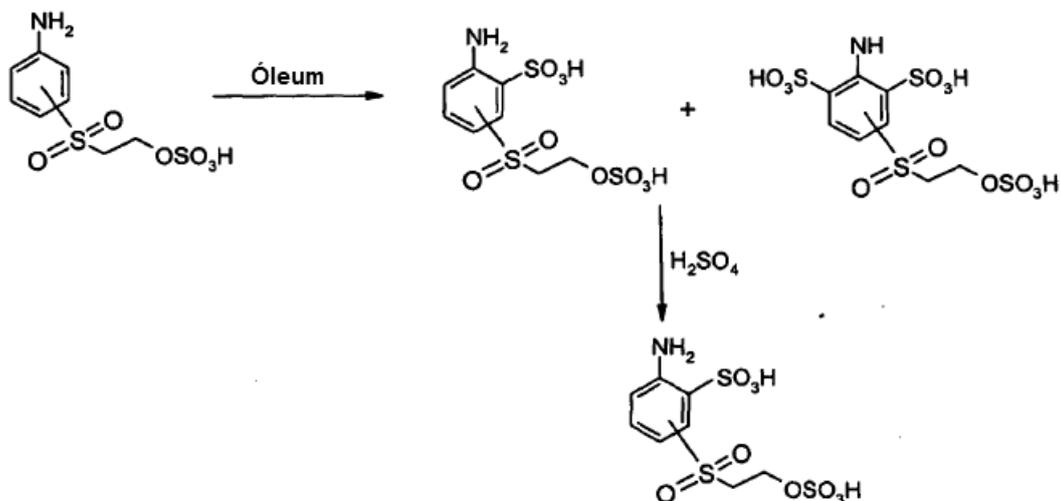
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el tratamiento de ácido 4-beta-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico

La invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico que se encuentra como solución en ácido sulfúrico acuoso.

- 5 El ácido β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se usa con frecuencia como materia prima para la producción de colorantes azo. Para ello esta materia prima debe encontrarse con alta pureza. Un procedimiento habitual para la producción de ácido β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se conoce por el documento DE-A 2 538 723. Después se trata el ácido β-sulfatoetilsulfonilanilin-2,6-disulfónico correspondiente, que puede obtenerse a partir de β-sulfatoetilsulfonilanilina mediante tratamiento con óleum, en ácido sulfúrico habitualmente del 30 al 96 %, a
- 10 temperaturas de en general 80 a 140 °C. A este respecto se desprende un resto ácido sulfónico.



A continuación se pone la masa fundida de sulfonización sobre hielo.

- 15 Para el tratamiento del ácido β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico a partir de esta solución acuosa de ácido sulfúrico se neutraliza en primer lugar el ácido sulfúrico en exceso con hidróxidos o carbonatos de metal alcalino o alcalinotérreo. A partir de esta solución neutra se aísla el ácido sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico mediante salificación con halogenuros alcalinos o mediante secado por pulverización. En el ejemplo 7 se trabaja de modo que la cantidad principal del ácido sulfúrico en exceso se basifica con carbonato de calcio y el resto se neutraliza con carbonato de sodio hasta un valor de pH de 6. En este modo de procedimiento es sin embargo mejorable la pureza del producto.

- 20 No han faltado intentos para mejorar el procedimiento de tratamiento. De este modo, en el documento EP-A 753 509 se da a conocer que, a partir de la solución acuosa de ácido sulfúrico, puede precipitarse directamente el ácido β-sulfatoetilsulfonilanilin-2,6-disulfónico mediante adición de cloruro de potasio. En este procedimiento se obtiene sin embargo un producto que no es estable en almacenamiento y por lo tanto sólo es adecuado en cierta medida para la producción de colorantes reactivos azo de alta calidad. La recristalización mencionada en el ejemplo del producto
- 25 precipitado lleva además a pérdidas nada despreciables de producto de valor y por lo tanto, es poco económica.

El documento DE 2154943 da a conocer un procedimiento para el tratamiento de una solución de 4-(β-sulfatoetilsulfonil)anilin-2-sulfónico en ácido sulfúrico acuoso mediante adición de carbonato de sodio calcinado a un valor de pH de 6,0 a 6,5.

- 30 El documento WO 96/02593 da a conocer un procedimiento para la preparación de 5-(β-sulfatoetilsulfonil)anilin-2-sulfónico, en el que el producto precipita en una solución acuosa mediante adición de carbonato de sodio calcinado a un valor de pH de 4,5 a 5.

Por lo tanto, el objetivo consistía en proporcionar un procedimiento, con el que pueda producirse de manera técnicamente sencilla ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico a partir de solución acuosa de ácido sulfúrico como producto puro, estable en almacenamiento, sin pérdidas esenciales.

- 35 Por consiguiente, se halló un procedimiento para el tratamiento de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico que se encuentra como solución en ácido sulfúrico acuoso, que se caracteriza porque

- en una primera etapa se precipita el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico mediante adición de sales de metal alcalino o alcalinotérreo y/o sales de amonio, se separa y se disuelve en agua, o se precipita el ácido sulfúrico mediante adición de sales de calcio, se separa dado el caso el sulfato de calcio generado, y
- en una segunda etapa se ajusta la solución generada mediante adición de hidróxido, carbonato, hidrogenocarbonato y/o acetato de metal alcalino o alcalinotérreo o de amonio a un valor de pH entre 1 y 5, se separa el sulfato de calcio aún presente, y se aísla el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico a partir de la solución.

Además se halló el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico que puede prepararse de este modo.

Por ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico se entiende en el sentido de esta solicitud de patente sólo el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico, concretamente tanto el ácido libre como sus formas de sal tales como sales de mono- o di-metal alcalino, de mono- o di-amonio o de metal alcalinotérreo con contraiones iguales o distintos.

El procedimiento de acuerdo con la invención comienza con una solución acuosa de ácido sulfúrico de ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico con una concentración de en general el 1 al 30 % en peso, en muchos casos del 1 al 20 % en peso, en particular del 5 al 20 % en peso de ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico y habitualmente del 1 al 80, en muchos casos del 5 al 50 % en peso de ácido sulfúrico. Tales soluciones pueden obtenerse por ejemplo mediante la sulfonización de β-sulfatoetilsulfonilanilina o mediante la desulfonización de ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2,6-disulfónico.

La primera etapa sirve para separar el ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico del ácido sulfúrico.

Para la precipitación del ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico se tienen en cuenta sales de metal alcalinotérreo, de metal alcalino, de amonio o mezclas de las mismas, preferentemente sales de sodio, de potasio y/o de amonio, en particular cloruro de sodio, sulfato de sodio, cloruro de potasio, sulfato de potasio o mezclas de los mismos. Las cantidades pueden variarse en amplios intervalos, habitualmente se usan de 1 a 10, en particular de 2 a 6 equivalentes molares. La separación de productos no es crítica, puede llevarse a cabo con aparatos habituales tal como prensas de filtro, filtros de vacío de presión agitadores, instalaciones de ultrafiltración o filtros de banda.

Así mismo, no es crítico disolver posteriormente el producto separado en agua, esto puede realizarse a temperatura ambiente, preferentemente sin embargo con enfriamiento a de 0 a 20 °C o de la manera más sencilla, mediante introducción en habitualmente de 1 a 20 litros, en muchos casos de 1 a 10 litros de agua helada por mol de producto.

Así mismo es posible precipitar en la primera etapa el ácido sulfúrico mediante adición de sales de calcio tal como carbonato de calcio y/u óxido de calcio. Habitualmente se usan cantidades de sales de calcio que tales que el valor de pH se ajusta a de 0 a 2.

La separación del sulfato de calcio no es crítica, puede tener lugar en la primera etapa o en la segunda etapa después del ajuste del valor de pH deseado. Habitualmente se usan aparatos tales como prensas de filtro, filtros de vacío de presión agitadores, instalaciones de ultrafiltración o filtros de banda.

Esta solución se ajusta en la segunda etapa mediante adición de hidróxido, carbonato, hidrogenocarbonato, acetato de metal alcalino, de metal alcalinotérreo o de amonio o mezclas de los mismos, en particular carbonato de metal alcalino y/o hidrogenocarbonato de metal alcalino, por ejemplo carbonato de sodio o hidrogenocarbonato de sodio a un valor de pH de 1 a 5, en particular de 2 a 4.

El aislamiento posterior del ácido β-sulfatoetilsulfonilanilín-2-sulfónico no es crítico y puede producirse mediante precipitación, evaporación o secado por pulverización. La precipitación y el aislamiento del producto pueden diseñarse tal como se describió anteriormente. La evaporación se produce en general en estufas de secado de vacío conocidas a una temperatura de 30 a 70, en particular de 35 a 55 °C, el secado por pulverización ventajoso en muchos casos en torres de secado por pulverización habituales.

El procedimiento tiene muchas ventajas. Se ahorran grandes cantidades de productos secundarios y calor de escape y se obtiene con alto rendimiento un producto puro con propiedades de uso equilibradas.

Ejemplos:

Ejemplo comparativo 1 (documento EP 753 509)

En un recipiente de 437 g de óleum al 20 % se introducen a temperatura ambiente al principio 142 g = 0,485 moles de 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilina; aumentándose la temperatura hasta 50 °C. A continuación se calienta la solución durante 3 horas hasta 115 ± 2 °C. La sulfonización se enfría hasta 70 a 80 °C. Se añaden entonces gota a gota 42 g de ácido sulfúrico al 50 % en peso, no debiendo aumentar la temperatura por encima de 100 °C. A continuación se calienta durante diez horas hasta de 95 a 100 °C.

La masa fundida se enfría hasta de 40 a 50 °C y se añade bajo enfriamiento desde el exterior sobre una mezcla de 700 g de agua helada. A este respecto la temperatura no aumentará por encima de 20 °C. A la solución clara resultante se le añadieron 75 g = 1,0 mol de cloruro de potasio. Se agita posteriormente durante tres horas y se aspira el producto de reacción separado.

- 5 El producto se purifica mediante recristalización: se suspende en 200 ml de agua, se calienta hasta 70 °C, entonces se añaden en porciones de 100 ml 500 ml de agua caliente a 70 °C hasta que todo se ha disuelto. La mezcla se enfría con baño de hielo hasta 0 - 5°, se aspira el residuo producido y se seca. El residuo pesa 93,6 g y está al 79,2 % con respecto a 361 moles de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico. Rendimiento: 41%

Ejemplo 2

- 10 En un recipiente de 437 g de óleum al 20 % se introducen a temperatura ambiente al principio 142 g = 0,485 moles de 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilina; aumentándose la temperatura hasta 50 °C. A continuación se calienta la solución durante 3 horas hasta 115 ± 2 °C. La sulfonización se enfría hasta de 70 a 80 °C. Se añaden entonces gota a gota 42 g de ácido sulfúrico al 50 % en peso, no aumentando la temperatura por encima de 100 °C. A continuación se calienta durante diez horas hasta de 95 a 100 °C.
- 15 La masa fundida se enfría hasta de 40 a 50 °C y se añade bajo enfriamiento desde el exterior sobre una mezcla de 700 g de agua helada. A este respecto la temperatura no aumentará por encima de 20 °C. A la solución clara resultante se añaden 33,6 g = 0,45 moles de cloruro de potasio, seguido de la adición de tres veces 0,833 moles (48,7 g) de cloruro de sodio, se agita posteriormente en cada caso durante media hora. El producto producido se aspira y se disuelve en 1200 ml de agua a 15 °C. El valor de pH de la solución se ajusta a 3,0 con carbonato de sodio añadido en porciones. La solución de reacción se concentra hasta sequedad a vacío a 50 °C. El residuo pesa 412 g y está al 38 % con respecto a 361 moles de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico. Rendimiento: 87%
- 20

Ejemplo 3

- 4 moles (1171 g) de 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilina (al 96 %) se introducen en 2100 g de ácido sulfúrico al 96 % en peso, aumentando la temperatura hasta 35 °C. A continuación se añaden 1660 g de óleum al 65%, aumentando la temperatura hasta 80 °C. La mezcla se calienta hasta 115 °C y se agita durante 3 horas a 115 °C. Después de enfriar hasta 65 °C se añaden 175 g de hielo, aumentando la temperatura hasta 90 °C. La mezcla de reacción se calienta hasta 95 °C y se agita durante 10 horas a 95 °C. Se disponen previamente 5800 g de hielo y se añade la mezcla de reacción enfriada hasta temperatura ambiente con enfriamiento con baño de hielo, de modo que la temperatura no aumenta por encima de 20 °C. A continuación se añaden tres veces 5,128 moles (300 g) de cloruro de sodio y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. El producto producido se aspira y se disuelve en agua helada (1538 g de hielo; 7600 ml de agua) a 12 °C. El valor de pH de la solución se ajusta a 3,9 con carbonato de sodio añadido en porciones. La temperatura aumenta a este respecto hasta 24 °C. La solución se agita durante la noche a temperatura ambiente y se seca por pulverización al día siguiente. El residuo pesa 2155 g y está al 47 % con respecto a 361 moles de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico. Rendimiento: 70 %
- 25
- 30

Ejemplo 4

- 4 moles (1171 g) de 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilina (al 96 %) se introducen en 2100 g de ácido sulfúrico al 96 % en peso; aumentando la temperatura hasta 35 °C. A continuación se añaden 1660 g de óleum al 65%, aumentando la temperatura hasta 80 °C. La mezcla se calienta hasta 115 °C y se agita durante 3 horas a 115 °C. Después de enfriar hasta 65 °C se añaden 175 g de hielo, aumentando la temperatura hasta 90 °C. La mezcla de reacción se calienta hasta 95 °C y se agita durante 10 horas a 95 °C. Se disponen previamente 5800 g de hielo y se añade la mezcla de reacción enfriada hasta temperatura ambiente con enfriamiento con baño de hielo, de modo que la temperatura no aumenta por encima de 20 °C. A continuación se añaden tres veces 5,128 moles (300 g) de cloruro de sodio y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. El producto producido se aspira y se disuelve en agua helada (1538 g de hielo; 7600 ml de agua) a 12 °C. El valor de pH de la solución se ajusta a 3,9 con carbonato de sodio añadido en porciones. La temperatura aumenta a este respecto hasta 22 °C. La solución se agita durante el fin de semana a temperatura ambiente y a continuación se añaden 1500 g de NaCl, mediante lo cual se salifica el producto. Tras aspirar y secar el residuo pesa 2094,8 g y está al 52,5 % con respecto a 361 moles de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico. Rendimiento: 76 %
- 40
- 45

Ejemplo 5

- 50 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico, 542 g de ácido sulfúrico y 386 g de agua se le añaden 2 moles (150 g) de KCl en tres porciones y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonil-anilín-2-sulfónico precipita como sal de di-potasio. El producto producido se aspira y se suspende en 2600 g de agua helada a 15 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 5 mediante adición lenta de solución de NaOH al 10 % en peso, aumentando la temperatura hasta 25 °C. A continuación se somete a ultrafiltración la solución y el producto se aísla mediante secado por pulverización.
- 55

Ejemplo 6

5 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 1125 g de ácido sulfúrico y 3014 g de agua se le añaden 9 moles (531 g) de NaCl en tres porciones y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico precipita como sal de di-sodio. El producto producido se aspira y se suspende en 3300 g de agua helada a 12 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 4 mediante adición lenta de solución de NaOH al 10 % en peso, aumentando la temperatura hasta 23 °C. A continuación se evapora la solución.

Ejemplo 7

10 A una mezcla de 2 moles (722 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 10100 g de ácido sulfúrico y 3600 g de agua se le añaden 5 moles (710 g) de Na₂SO₄ en tres porciones y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico precipita como sal de di-sodio. El producto producido se aspira y se suspende en 18000 g de agua helada a 12 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 3 mediante adición lenta de K₂CO₃, aumentando la temperatura hasta 25 °C. A continuación se seca por pulverización la solución.

Ejemplo 8

15 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 988 g de ácido sulfúrico y 1250 g de agua se le añaden 4 moles (696 g) de K₂SO₄ en tres porciones y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico precipita como sal de di-potasio. El producto producido se aspira y se suspende en 18000 g de agua helada a 8 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 2 mediante adición lenta de KHCO₃, aumentando la temperatura hasta 15 °C. A continuación se salifica el producto
20 mediante adición de 950 g de KCl, se aspira y se seca.

Ejemplo 9

25 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 1080 g de ácido sulfúrico y 809 g de agua se le añaden 6 moles (354 g) de NaCl en tres porciones y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico precipita como sal de di-sodio. El producto producido se aspira y se suspende en 4200 g de agua helada a 14 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 1 mediante adición lenta de NaHCO₃, aumentando la temperatura hasta 22 °C. A continuación se salifica el producto mediante adición de 882 g de NaCl, se aspira y se seca.

Ejemplo 10

30 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 1580 g de ácido sulfúrico y 5260 g de agua se le añade 1 mol (174 g) de K₂SO₄ y 4 moles (568 g) de Na₂SO₄ y se agita posteriormente en cada caso durante una hora. A este respecto precipita el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico. El producto producido se aspira y se suspende en 4200 g de agua helada a 15 °C. El valor de pH de la mezcla se ajusta a 3 mediante adición lenta de acetato de Na, aumentando la temperatura hasta 25 °C. A continuación se seca por pulverización la solución.

35 Ejemplo 11

40 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 864 g de ácido sulfúrico y 6000 g de agua se le añaden 650 g de CaCO₃, seguido de la adición de carbonato de sodio, hasta que el valor de pH asciende a 3. La temperatura se mantiene por debajo de 20 °C. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico se aísla como sal de di-sodio mediante secado por pulverización de la solución de filtrado.

Ejemplo 12

45 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 900 g de ácido sulfúrico y 16700 g de agua se le añaden 680 g de CaCO₃, seguido de la adición de K₂CO₃, hasta que el valor de pH asciende a 1. La temperatura se mantiene por debajo de 60 °C. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico se aísla como sal de di-potasio mediante evaporación de la solución de filtrado.

Ejemplo 13

50 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico, 860 g de ácido sulfúrico y 5800 g de agua se le añaden 650 g de CaCO₃, seguido de la adición de NaHCO₃, hasta que el valor de pH asciende a 2. La temperatura se mantiene por debajo de 40 °C. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilnilin-2-sulfónico se aísla como sal de di-sodio mediante secado por pulverización de la solución de filtrado.

Ejemplo 14

A una mezcla de 0,5 moles (180,5 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, 433 g de ácido sulfúrico y 1200 g de agua se le añaden 350 g de CaCO₃ seguido de la adición de KHCO₃, hasta que el valor de pH asciende a 4. La temperatura se mantiene por debajo de 35 °C. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se salifica mediante adición de 680 g de KCl, se aspira y se seca.

5 **Ejemplo 15**

10 A una mezcla de 2 moles (722 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, 1680 g de ácido sulfúrico y 2400 g de agua se le añaden 1300 g de CaCO₃, seguido de la adición de solución de NaOH al 10 % en peso, hasta que el valor de pH asciende a 5. La temperatura se mantiene por debajo de 25 °C. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se salifica mediante adición de 1450 g de NaCl, se aspira y se seca.

Ejemplo 16

15 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, 871 g de ácido sulfúrico y 6100 g de agua se le añaden 740 g de CaCO₃. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el valor de pH de la solución de filtrado se eleva hasta 3 mediante adición de acetato de Na. La temperatura se mantiene por debajo de 20 °C. El ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se aísla como sal de di-sodio mediante secado por pulverización de la solución de filtrado.

Ejemplo 17

20 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, 885 g de ácido sulfúrico y 2350 g de agua se le añaden 725 g de CaCO₃. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el valor de pH de la solución de filtrado se eleva hasta 4 mediante la adición de carbonato de sodio. La temperatura se mantiene por debajo de 28 °C. El ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se aísla como sal de di-sodio mediante evaporación de la solución de filtrado.

Ejemplo 18

25 A una mezcla de 1 mol (361 g) de ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, 885 g de ácido sulfúrico y 2350 g de agua se le añade a 25 °C CaCO₃, hasta que el valor de pH está ajustado a 3. El sulfato de calcio semihidratado producido se aspira y el ácido 4-β-sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico se aísla como sal de calcio mediante secado por pulverización de la solución de filtrado.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el tratamiento de ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico, que se encuentra como solución en ácido sulfúrico acuoso, **caracterizado porque** en una primera etapa se precipita el ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico mediante adición de sales de metal alcalino o alcalinotérreo y/o sales de amonio, se separa y se disuelve en agua, o se precipita el ácido sulfúrico mediante adición de sales de calcio, se separa dado el caso el sulfato de calcio generado, y
- 5 en una segunda etapa se ajusta la solución generada mediante adición de hidróxido, carbonato, hidrogenocarbonato y/o acetato de metal alcalino o alcalinotérreo o de amonio a un valor de pH entre 1 y 5, se separa el sulfato de calcio aún presente, y se aísla el ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico a partir de la solución.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** en la primera etapa se precipita el ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico mediante adición de 1 a 10 equivalentes molares de sal de sodio, de potasio y/o de amonio.
3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado porque** en la primera etapa se usa como sal cloruro de sodio, sulfato de sodio, cloruro de potasio o sulfato de potasio.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** en la segunda etapa se aísla el ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico mediante precipitación con sales de sodio, de potasio y/o de amonio o mediante secado por pulverización.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque** en la segunda etapa se aísla el ácido 4- β -sulfatoetilsulfonilanilin-2-sulfónico mediante precipitación con de 1 a 10 equivalentes molares de las sales.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 4 o 5, **caracterizado porque** como sal de sodio se usan cloruro de sodio o sulfato de sodio y como sal de potasio cloruro de potasio o sulfato de potasio.