

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240386
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 91/44

(22) Přihlášeno 04 09 84
(21) (PV 6647-84)

(40) Zveřejněno 13 06 85

(45) Vydáno 15 08 87

(75)

Autor vynálezu

VÁGNER MIROSLAV ing.; ŠUŠKA WALDÉMAR ing., PARDUBICE;
KOKEŠ PETR ing., CHRUDIM

(54) Způsob přípravy 2-aminofenolu

1

2

Způsob redukce 2-nitrofenolu na 2-amino-
fenol, který se používá jako polotovar pro
přípravu barviv. Jeho podstata spočívá v
tom, že se na vodný roztok 2-nitrofenolu ve
formě sodné soli působí při teplotě do 100°
Celsia sulfidem nebo hydrogensulfidem sod-
ným.

Vynález se týká způsobu redukce 2-nitrofenolu na 2-aminofenol, polotovaru pro přípravu barviv, siřníkovou redukcí 2-nitrofenolu.

Redukce 2-nitrofenolu na 2-aminofenol se v technické praxi provádí železem podle Béchampa. V literatuře je popsána řada dalších způsobů této redukce, například redukce zinkovým prachem ve vodném prostředí v přítomnosti elektrolytů, zinkem a kyselinou chlorovodíkovou, hliníkem a dalšími kovy ve formě amalgámy, zinkem a hydrogensířičitanem sodným, hydrazinem, vodíkem za tlaku na niklovém katalyzátoru nebo dithioničitanem sodným. Všechny tyto další redukční metody nejsou pro technickou výrobu 2-aminofenolu vhodné především z ekonomického hlediska, neboť výrobní náklady by byly nesrovnatelně vyšší než u béchampovské redukce. Nevýhodou výroby 2-aminofenolu redukcí 2-nitrofenolu podle Béchampa je však značná náchylnost produktu redukce k oxidaci vzdušným kyslíkem, která snižuje kvalitu izolovaného 2-aminofenolu. Proto se často provádí výroba 2-aminofenolu touto cestou pouze ve formě roztoku, který se ihned bez izolace zpracovává dále při výrobě syntetických barviv. Výroba 2-aminofenolu ve formě roztoku předpokládá současnou navazující výrobu tento roztok zpracovávající a zcela znemožňuje dodávky 2-aminofenolu mimo výrobní závod.

Další známou metodou přípravy 2-aminofenolu je siřníková redukce 2-nitrofenolu, kterou popisují v literatuře Hoffman, Fritzsche a Galatis. Tito autoři prováděli v laboratoři redukcí siřníkem sodným nebo amoniakem při teplotě nad 100 °C, například v tavenině siřníku sodného při 125 °C. Ani tato metoda není vhodná pro technickou výrobu 2-aminofenolu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy 2-aminofenolu redukcí 2-nitrofenolu sulfidem nebo hydrogensulfidem sodným, jehož podstata spočívá v tom, že se k vodnému roztoku 2-nitrofenolu ve formě alkalické soli o koncentraci 0,5 až 1,5 mol/l přidá při teplotě 60 až 100 °C sulfid anebo

hydrogensulfid, sodný v množství 3 až 4 moly na 1 mol p-nitrofenolu a při této teplotě se reakční směs udržuje až do ukončení redukce.

Redukce způsobem podle vynálezu probíhá v podmínkách dobré míchatelnosti reakční směsi a lze ji provádět i v netěsných zařízeních, například v kádích. Za uvedených podmínek je během 8 hodin dosaženo konverze min. 99 % a po izolaci se získá 2-aminofenol vysoké čistoty s velmi dobrým výtěžkem.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení:

0,5 molu 2-nitrofenolu ve formě technické nesušené látky se rozmíchá v 0,5 l vody a převede do roztoku alkalizací 1 molem hydroxidu sodného. Při 80 °C se přidá 1,65 molu hydrogensulfidu sodného ve formě vodného roztoku o koncentraci 530 g/l jako součet skutečné koncentrace NaHS a skutečné koncentrace Na₂S, přepočtené ve stechiometrickém poměru na koncentraci NaHS. Vzniklá reakční směs se míchá 8 hodin při 80 °C, přičemž se doplňuje voda na konstantní objem. Potom se provede stanovení zbytkového obsahu 2-nitrofenolu (chromatograficky), které musí být pod 1 procentem. Po ukončení redukce se reakční směs naředí na objem 1 l, při 60 °C se okyslí zředěnou kyselinou sírovou do silné kyselé reakce na kongočerveň, provede se klerace síry s malým přídatkem 1 g křemelinu, k filtrátu se přidá 5 g disiřičitanu sodného jako antioxidantu a při 40 °C se vysráží 2-aminofenol neutralizací hydroxidem sodným na pH = 7. Po ochlazení na normální teplotu se provede izolace produktu filtrací a promytím 0,25 l studené vody.

Získá se 0,45 molu 2-aminofenolu ve formě jemně krystalické světle hnědošedé sypké látky o obsahu 80 až 90 % 2-aminofenolu 100%, výtěžek redukce s izolací činí 90 procent teorie vzhledem k 2-nitrofenolu 100 procent.

Chromatograficky byla zjištěna prakticky čistá látka bez oxidačních zplodin jen s nepatrnými stopami 2-nitrofenolu (10⁻² %).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 2-aminofenolu redukcí 2-nitrofenolu sulfidem nebo hydrogensulfidem, vyznačující se tím, že se na vodný roztok 2-nitrofenolu ve formě alkalické soli o koncentraci 0,5 až 1,5 molu/l působí při

teplotě 60 až 100 °C sulfidem anebo hydrogensulfidem sodným v poměru 3 až 4 moly na 1 mol 2-nitrofenolu a při této teplotě se reakční směs míchá do ukončení redukce.