



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239 229

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 03 84
(21) PV 2411-84

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 79/10

(40) Zveřejněno 15 05 85
(45) Vydáno 01 08 87

(75)
Autor vynálezu

KONEČNÝ LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54)

Způsob výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu

Způsob výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu používaného k výrobě 4-amino-1,2-dimetylbenzenu, který je polotovarem pro výrobu vitamínu B₂. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se tavenina surového 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu ochladí pomalu na teplotu 0 až 15 °C, po 0,5 až 30 hodinové výdrži se během 8 až 50 hodin vyhřeje na 25 až 30,5 °C. Teplota se udržuje po dobu 2 až 40 hodin a kapalně odtékající podíly se jímají. Zbývající krystalická hmota se roztaví vyhřátím na 31 až 60 °C. Během odtoku kapalných podílů je možno krystalickou hmotu promýt etylalkoholem, acetonem nebo 1,2-dimetylbenzenem.

Vynález se týká způsobu výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, používaného k výrobě 4-amino-1,2-dimetylbenzenu, který je polotovarem pro výrobu vitamínu B₂.

Dosud známým způsobem výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu je nitrace 1,2-dimetylbenzenu, přičemž způsobů izolace produktu z reakční směsi je známo několik. Tak například je možno oddělit organickou vrstvu z reakční směsi a podrobit ji parovodní destilaci a/nebo frakční destilaci za vakua, nebo je možno produkt získat z obohacené destilační frakce krystalizací a vypařováním v teplotním rozmezí -5 °C až 20 °C. Také krystalizace z etanolu po oddělení organické vrstvy z reakční směsi je známá. Dalším dosud známým způsobem výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu je vakuová rektifikace organické vrstvy obohacené přídavkem 1,2-dimetylbenzenu a 3-nitro-1,2-dimetylbenzenu s cílem snížení teploty destilace s ohledem na přítomnost termicky nestabilního dinitroxylenu v destilačním zbytku. Nevýhodou způsobu výroby, kde je produkt rafinován parovodní destilací je vysoká spotřeba páry a chladicí vody a odpad toxického produktu v odpadní technologické vodě. Frakční vakuová destilace surového produktu je opět náročná na spotřebu páry a chladicí vody a kromě toho zde vzniká nebezpečí explozivního rozkladu destilačního zbytku v důsledku jeho nízké termické stability. Rekrystalizace z etanolu přináší nevýhodu v manipulaci s organickým rozpouštědlem a nutností jeho regenerace. Rafinace surového produktu vypařováním je málo vhodná, neboť získaný produkt je špatné kvality.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že tavenina surového 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu se během 2 až 20 hodin ochladí z teploty 17 °C až 60 °C na teplotu 15 °C až 0 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 30 ho-

din, pak se během 8 až 50 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 25 °C až 30,5 °C, při které se ponechá po dobu 2 až 40 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 0 °C až 15 °C do 25 °C až 30,5 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu roztaví vyhřátím na teplotu 31 °C až 60 °C. Během odtoku kapalných podílů je možno krystalickou hmotu promýt etylalkoholem nebo acetonem nebo 1,2-dimetylbenzenem.

Použití nízkoteplotní techniky krystalizace z taveniny a frakčního vytavování pro rafinaci 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu umožňuje podstatné snížení energetických nákladů v porovnání s vakuovou nebo parovou destilací. Nízké provozní teploty rovněž eliminují autokatalytické termické rozklady produktu a nečistot, ke kterým dochází v průběhu destilace. Tím je zaručena vyšší bezpečnost procesu a vyšší výtěžnost produktu ve srovnání s destilací. Procesem krystalizace z taveniny a frakčního vytavování je získáván produkt vysoké kvality, použitelný pro zpracování katalytickou hydrogenací vodíkem.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

Příklad 1

Do plášťované skleněné trubice o vnitřním průměru 25 mm a délce 800 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené kovovým sítkem a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplonosným médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 300 g směsi 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu a 3-nitro-1,2-dimetylbenzenu o obsahu 90,0 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu. Surový 4-nitro-1,2-dimetylbenzen byl vytemperován na teplotu 25 °C a pak během 5 hodin rovnoměrnou rychlostí ochlazen na teplotu 11,5 °C a na této teplotě udržován po dobu 0,5 hodiny. Pak byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátka a byl započat odběr I. frakce. Současně při začátku odběru I. frakce bylo započato

s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 11,5 °C na teplotu 28,5 °C, který trval po dobu 10 hodin. Při teplotě 14,5 °C byl ukončen odběr I. frakce a byl započat odběr II. frakce. Po dosažení teploty 28,5 °C následovala při této teplotě teplotní výdrž po dobu 2 hodin. Současně s ukončením této teplotní výdrže byl ukončen odběr II. frakce uzavřením spodní části trubice pryžovou zátkou. Pak byl zbývající krystalický skelet produktu v trubici roztaven vyhřátím na teplotu 38 °C a vypuštěn.

Bylo získáno 75 g I. frakce (25,0 % hmotnostních násady) o obsahu 70,96 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, 40,5 g II. frakce (13,5 % hmotnostních násady) o obsahu 89,70 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu a 184,5 g (61,5 % hmotnostních násady) produktu o obsahu 99,53 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu.

Příklad 2

Do plášťované skleněné trubice o vnitřním průměru 25 mm a délce 800 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené kovovým sítkem a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplonosným médiem, cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 300 g surového 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, obsahujícího 90 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, 9 % hmotnostních 3-nitro-1,2-dimetylbenzenu a 1 % hmotnostní destilačního zbytku. Surový 4-nitro-1,2-dimetylbenzen byl vytemperován na teplotu 30 °C a pak během 7 hodin rovnoměrnou rychlostí ochlazen na teplotu 10 °C a na této teplotě udržován po dobu 1 hodiny. Pak byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátk a byl započat odběr I. frakce. Současně při začátku odběru I. frakce bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 10 °C na teplotu 28,2 °C, který trval po dobu 13 hodin. Při teplotě 13,0 °C byl ukončen odběr I. frakce a byl započat odběr II. frakce. Po dosažení teploty 28,2 °C následovala při této teplotě teplotní výdrž po dobu 3 hodin. Současně s ukončením této teplotní výdrže byl ukončen odběr II. frakce uzavřením spodní části trubice pryžovou zátkou. Pak byl zbývající krystalický skelet produktu v trubici roztaven vyhřátím na teplotu 34 °C a vypuštěn.

Bylo získáno 31,2 g (10,4 % hmotnostních násady) I. frakce o obsahu 80,5 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, 79,2 g (26,4 % hmotnostních násady) II. frakce o obsahu 88,0 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu a 189,6 g (63,2 % hmotnostních násady) produktu o obsahu 99,5 % hmotnostních 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

239 229

1. Způsob výroby 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu, vyznačený tím, že tavenina surového 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu se během 2 až 20 hodin ochladí z teploty 17 °C až 60 °C na teplotu 15 °C až 0 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 30 hodin, pak se během 8 až 50 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 25 °C až 30,5 °C, při které se ponechá po dobu 2 až 40 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 0 °C až 15 °C do 25 °C až 30,5 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 4-nitro-1,2-dimetylbenzenu roztaví vyhřátím na teplotu 31 °C až 60 °C.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se během odtoku kapalných podílů krystalická hmota promyje etylalkoholem nebo acetonem nebo 1,2-dimetylbenzenem.