



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 36844

Kl. 12 q, 3

Centralne Laboratorium Chemiczne
Spółdzielnia Pracy*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 2,5-dwuaminotoluenu

Udzielono patentu z mocą od dnia 17 sierpnia 1953 r.

Jak wiadomo 2,5-dwuaminotoluen otrzymuje się przez redukcję p-aminoazotoluenu. Jako środki redukujące proponowano cynę, żelazo, cynk itd., lecz otrzymywano zbyt niskie wydajności ze względu na trudności związane z wydzieleniem produktu reakcji, który łatwo ulega utlenianiu tlenem powietrza.

Stwierdzono, że p-aminoazotoluen, najkorzystniej jego chlorowodorek, można zredukować i otrzymać 2,5-dwuaminotoluen ze znaczną wydajnością, dochodzącą do 43 % wydajności teoretycznej w stosunku do ilości zużytej o-toluidyny, skoro redukcję przeprowadzić za pomocą hydrosiarczyny sodowej w środowisku wodno-alkoholowym i produkt reakcji wydzielić przez dodanie ługu potasowego, np. NaOH, wskutek czego mieszanina reakcyjna rozwarstwia się na dwie warstwy, z których górną zawierającą 2,5-

dwuaminotoluen i o-toluidynę poddaje się destylacji najkorzystniej w próżni, w celu wydzielenia 2,5-dwuaminotoluenu.

Stwierdzono ponadto, że w celu rozwarstwienia mieszaniny reakcyjnej korzystnie jest dodawać ług sodowy w dwóch porcjach, przy czym pierwsza porcja jest 25 % roztworem wodnym NaOH, druga zaś 50 %-wym roztworem. Po dodaniu pierwszej porcji ługu aż do odczynu alkalicznego mieszaniny należy mieszaninę reakcyjną dokładnie wymieszać, po dodaniu zaś drugiej porcji pozostawić ją w spoczynku, aż nastąpi rozwarstwienie. Przy dodawaniu hydrosiarczyny należy uważać, aby mieszanina nie była doprowadzona do wrzenia. W tym celu hydrosiarczyn dodaje się powoli niewielkimi porcjami i w razie potrzeby mieszaninę reakcyjną ochładza się.

Przykład. 0,68 kg p-aminoazotoluenu daje się 1,8 litra alkoholu i taką samą ilością wody gorącej, po czym dodaje się stopniowo 1,7 kg hydrosiarczyny sodowej, mieszając stale

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazu jest Eugeniusz Kurnicki.

i niedoprowadzając masy reakcyjnej do wrzenia. Po dodaniu całej ilości hydrosiarczynu masę reakcyjną ochładza się i dodaje stopniowo dwa litry 25 %-ego roztworu NaOH w temperaturze pokojowej do odczynu alkalicznego mieszaniny, po czym dodaje się 3 — 4 litrów wody i miesza dokładnie. Po wymieszaniu do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 600 ml 50 % NaOH i pozostawia ją w spokoju. Następuje rozwarstwienie, przy czym warstwę górną, zawierającą 2,5-dwuaminotoluen, o-toluidynę i mieszaninę wodno-alkoholową oddziela się i poddaje destylacji w próżni przy ciśnieniu 16 — 17 mm słupa rtęci. Otrzymany 2,5-dwuaminotoluen wrzący w temperaturze 164 °C pod ciśnieniem 6 mm słupa rtęci poddaje się krystalizacji z benzenu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 2,5-dwuaminotoluenu przez redukcję p-aminoazotoluenu, znamienny tym, że p-aminoazotoluen redukuje się

hydrosiarczynom sodowym w środowisku wodno-alkoholowym i produkt reakcji wydziela przez dodanie ługu potasowego, np. NaOH, przy czym następuje rozwarstwienie mieszaniny reakcyjnej na dwie warstwy, z których warstwę górną zawierającą 2,5-dwuaminotoluen, o-toluidynę i mieszaninę wody i alkoholu poddaje się destylacji, najkorzystniej w próżni.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że ług potasowcowy dodaje się w dwóch porcjach, przy czym po dodaniu pierwszej porcji mieszaninę reakcyjną miesza się dokładnie po dodaniu ześ drugiej porcji — pozostawia w spokoju.

Centralne Laboratorium
Chemiczne
Spółdzielnia Pracy

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych