



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 199 162

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 06 78
(21) PV 4037-78

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 102/06

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 15 06 82

(75)

Autor vynálezu HORYNA JAROSLAV ing., PARDUBICE

(54) Nepřetržitý způsob výroby N,N'-bisfenyldikarboxybenzendiamidů

1

Vynález se týká nepřetržitého způsobu výroby N,N'-bisfenyldikarboxybenzendiamidů z aromatických aminů a diesterů benzendikarboxylových kyselin a jeho podstatou je průchod kapalně směsi složek reakčním pásmem s teplotami 210 až 380 °C.

Příprava N,N'-bisfenyldikarboxybenzendiamidů násadovým způsobem z aromatických aminů a diesterů benzendikarboxylových kyselin vzájemným působením při teplotách 210 až 380 °C je chráněna čs. autorským osvědčením č. 193 444. Vzhledem k tomu, že řada uvedených diamidů představuje atraktivní meziprodukty pro přípravu umělých vláken případně velkotonážních dehtových barviv, vyvstal technický problém jejich racionálnější výroby.

Podle tohoto vynálezu lze nepřetržitým způsobem vyrábět N,N'-bisfenyldikarboxybenzendiamidy z aromatických aminů a diesterů benzendikarboxylových kyselin tak, že se uvedené složky smísí ve zvoleném poměru, zhomogenizují zahřátím a promícháním, načež se kapalná směs uvádí do prostoru průtokového reaktoru případně propojené soustavy průtokových reaktorů v nichž se udržuje teplota mezi 210 až 380 °C a doba pobytu směsi v reakčním pásmu činí 10 minut až 4 hodiny.

Prakticky všechny aromatické aminy zpracovávány novým postupem jsou buď kapalinami anebo nízkotajícími pevnými hmotami. Z diesterů benzendikarboxylových kyselin má nejvyšší

teplota tání dimethyltereftalát, a to 140°C ; zahřátím směsí aminů a esterů lze tedy z nich snadno připravit roztoky či taveniny.

V určeném molovém poměru se tedy směsí složky, směs zahřátím převede do kapalného stavu a zhomogenizovaná tavenina složek se vypouští do reakčního pásma zvoleného reaktoru. Volba teploty a doby reakce je navzájem závislá, takže kolem 210°C je třeba podstatně delší doby pro dosažení vysoké konverze, zatímco kolem 380°C stačí v některých případech i doba 10 minut. V průběhu reakce se uvolňují těkavé zplodiny, které z reaktorů odcházejí ve formě par. Při práci v uzavřených aparátech zvyšují těkavé zplodiny provozní tlak, ale odpouštěním vznikajícího přetlaku lze však nad systémem udržovat poměrně nízký tlak odpovídající na počátku reakce tenzi složek a na konci tenzi produktů.

U nového postupu je vhodné volit takový teplotní režim v reakčním pásmu, kdy se výchozí složky i produkty nacházejí v roztaveném stavu, neboť tavenina je dobře míchatelná a kapalně produkty - bez mechanických nesnází - opouští reaktor. V zájmu plynulého průběhu reakce je výhodné volit na začátku reakčního pásma teploty nižší a na jeho konci teploty vyšší; přitom je odvod par těkavých zplodin snadno ovladatelný.

Pro nový způsob výroby jsou vhodné prakticky všechny typy průtokových reaktorů horizontálních i vertikálních případně v kaskádovém uspořádání.

V případech, kdy se pracuje s nadbytkem aminu, lze jeho přebytek odstranit z konečné reakční směsi vydestilováním, případně přímo z prostoru průtokového reaktoru.

Příklad 1

194,2 g dimethylesteru kyseliny tereftalové (1 mol) se smísí s 372,5 g anilinu (4 mol), směs se zahřeje na 145°C , promíchá a vzniklá tavenina se uvádí čerpadlem do vertikálního tlakového míchaného reaktoru, v němž se udržuje teplota 350°C . Ventilem zabudovaným ve dně aparátu se nepřetržitě odvádí tavenina reakční směsí a ventilem umístěným ve víku se odvádějí těkavé zplodiny tak, aby přetlak v pracovním prostoru nepřesáhl 1 MPa.

Příklad 2

194,2 g dimethylesteru kyseliny isoftalové (1 mol) se smísí s 321,4 g p-toluidinu (3 mol), směs se zahřeje na 170°C , promíchá a vzniklá tavenina se dále zpracovává jako u příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Nepřetržitý způsob výroby N,N'-bisfenyldikarboxybenzendiamidů obecného vzorce I



kde Ar značí zbytek benzenu případně substituovaný jedním až dvěma substituenty jako methyly, chlory, skupinou $-\text{OCH}_3$, $-\text{OC}_2\text{H}_5$, z aromatických aminů obecného vzorce II



kde Ar má výše uvedený význam, a diesterů benzendikarboxylových kyselin při teplotách 210 až 380 °C vyznačený tím, že se uvedené složky smísí v poměru 2 : 1 až 20 : 1, zhomogenizují zahřátím a promícháním, načež se kapalná směs uvádí do prostoru průtočného pásma, v němž se reakční tlak udržuje na 0,1 až 1 MPa, odváděním těkavých zplodin.

2. Způsob výroby podle bodu 1 vyznačený tím že složky procházejí pásmem a proměnou teplotou.

3. Způsob podle bodu 1 a 2 vyznačený tím, že se teploty v reakčním pásmu volí vyšší než jsou teploty tání procházející reakční směsi a z pásma se odvádí tavenina.

4. Způsob výroby podle bodů 1 až 3 vyznačený tím, že se provádí v uzavřeném reakčním systému, z něhož se páry těkavějších reakčních zplodin odpouštějí.