



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243193

(11)

(81)

(22) Přihlášeno 19 09 84
(21) PV 7006-84

(40) Zveřejněno 31 08 85
(45) Vydáno 15 07 87

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 143/58

(75)

Autor vynálezu

VOREL MILAN ing., SLATIŇANY

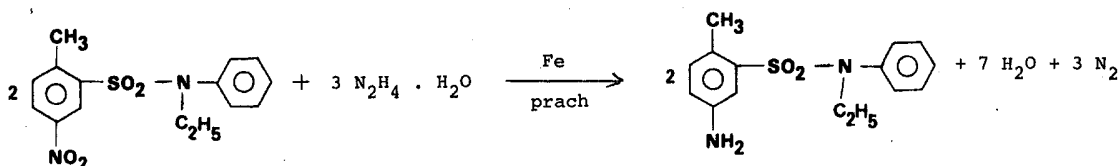
(54) Způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etyl-anilidu

Způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu redukcí odpovídající nitrolátky, v tavenině vodným roztokem hydrazinhydrátu. Podstata řešení spočívá v tom, že se redukce provádí za homogenní katalýzy železnatých solí silných anorganických kyselin, jako například chloridu železnatého, síranu železnatého nebo dusičnanu železnatého. Množství použitých železnatých solí silných anorganických kyselin odpovídá 0,4 až 1,2 hmotnostního %, vztaženo na výchozí nitrolátku. Po provedené redukci se reakční směs vnese do 0,05 až 1,5% kyseliny chlorovodíkové s obsahem 0,3 až 2 % tenzidu typu alkylpolyglykoléteru (Slovasol 0).

Vynález se týká způsobu výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu, který slouží jako polotovary k výrobě Midlonových barviv.

Dosud používaný způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu spočívá v redukcí 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu 80% hydrazinhydrátem za přítomnosti heterogenního katalyzátoru - železného prachu, rozpuštění redukční směsi v 4% kyselině chlorovodíkové, kleraci s aktivním uhlím, vysrážení 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu vodným roztokem amoniaku a v kleraci produktu. (Uvedená % rozumějí se hmotnostní.)

Reakce probíhá dle následující rovnice:



Popsaný technologický postup má některé nevýhody, neboť je zdoluhavý a obsluha musí velmi pozorně dbát na bezpečnostní opatření v průběhu hydrazinové redukce, protože probíhá příliš bouřlivě a je doprovázena pěněním. Dále klade zvýšené požadavky na materiály odolné vůči korozi v prostředí zředěné a teplé kyseliny chlorovodíkové při rozpuštění taveniny aminu před klerací.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby 4-amino-toluen-2-sulfo-N-etylanilidu redukcí 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu vodným roztokem hydrazinderivátu v tavenině výchozí nitrolátky, který je předmětem vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že redukce se provádí za homogenní katalýzy železnatých solí silných anorganických kyselin, například chloridu železnatého, síranu železnatého a/nebo dusičnanu železnatého v množství 0,4 až 1,2 hmotnostního %, s výhodou 0,6 až 0,8 hmotnostního %, vztaženo na výchozí nitrolátku, poté se reakční směs vnese do kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,05 až 1,5 hmotnostního % s obsahem 0,3 až 2 hmotnostního %, s výhodou 0,7 až 1,5 % tenzidu typu alkylpolyglykoléteru.

Výhodou postupu podle vynálezu je úspora pracovních sil, menší pracnost a zvýšení bezpečnosti práce při hydrazinové redukcí, která je pokládána na rizikovou.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny příklady provedení, v nichž uvedená procenta se rozumějí hmotnostní.

Příklady provedení není pochopitelně předmět vynálezu vyčerpán ani omezen.

Příklady provedení

P ř í k l a d 1

64 g 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu (přepočteno na 100%) ve formě vlhkého produktu se roztaví, oddestiluje voda a teplota taveniny se zvýší na 110 °C. Po přidání 0,8 g síranu železnatého krystalického se během 2 hodin připustí po kapkách 26,2 g hydrazinhydrátu o koncentraci 80 hmotnostních % při teplotě 105 až 110 °C, načež se reakční směs ještě 2 až 3 hodiny míchá při téže teplotě do skončení redukce. Tavenina se opatrně při teplotě 20 až 60 °C do 400 ml 0,15% kyseliny chlorovodíkové, obsahující 3 g rozpuštěného tenzidu typu alkylpolyglykoléteru (Slovasol 0), který způsobí jemné zgranulování produktu. Získají se 54 g 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu (100%) ve výťažku 93% teorie.

P ř í k l a d 2

Do reduktoru z nerezavějící oceli se vnese 320 g 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu, přepočteno na 100% látku, ve formě vlhkého produktu, produkt se roztaví a po oddestilování vody se přidají 3 g chloridu železnatého krystalického. Dále se při teplotě 105 až 115 °C přikape do taveniny během 2 až 3 hodin 131 g hydrazinhydrátu 80%, načež se reakční směs 3 hodiny míchá při téže teplotě k dokončení redukce. Tavenina se pak naleje při teplotě 40 °C do 2 000 ml 0,35% kyseliny chlorovodíkové, obsahující 14 g rozpuštěného tenzidu typu alkylpolyglykoléteru (Slovasol 0).

Další postup je shodný s 1. příkladným provedením.

Výtěžek činí 275 g 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu (jako 100% látky) a představuje 95 % teorie.

P ř í k l a d 3

Postup je stejný jako u 1. příkladného provedení s tím rozdílem, že namísto síranu železnatého se použije 0,7 g dusičnanu železnatého a koncentrace kyseliny chlorovodíkové je 1 % hmotnostní. Výtěžek je 52 g 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu (jako 100% látky) a představuje 89,6 % teorie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu redukcí 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu vodným roztokem hydrazinhydrátu v tavenině výchozí nitrolátky vyznačený tím, že redukce se provádí za homogenní katalýzy železnatých solí silných anorganických kyselin, například chloridu železnatého, síranu železnatého a/nebo dusičnanu železnatého v množství 0,4 až 1,2 hmotnostního % s výhodou 0,6 až 0,8 hmotnostního %, vztaženo na výchozí nitrolátku, poté se reakční směs vnese do kyseliny chlorovodíkové o koncentraci 0,05 až 1,5 hmotnostního procenta s obsahem 0,3 až 2 hmotnostního %, s výhodou 0,7 až 1,5 hmotnostního % tenzidu typu alkylpolyglykoléteru.