

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51540

Patent dodatkowy
do patentu: _____

Zgłoszono: 05.X.1964 (P 105 893)

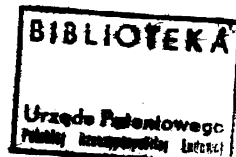
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10. VI. 1966

Kl. 12 q, 1/02

MKP C 07 c 111/00

UKD



Współtwórcy wynalazku: inż. Jan Ziemnicki, inż. Barbara Kwiatkowska
Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”
Przedsiębiorstwo Państwowe, Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny.

Znany jest sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny przez chlorowanie p-nitroaniliny gazowym chlorem „in statu nascendi”, wywiązującym się podczas utleniania kwasu solnego chloranem potasowym lub wodą utlenioną. Otrzymywany tym sposobem produkt końcowy jest zanieczyszczony produktami ubocznymi, a jego temperatura topnienia wynosi 185—187°C. Poza tym sposób ten jest mało bezpieczny ze względu na wybuchowość zarówno chloranu, jak i wody utlenionej. Ponieważ wytwarzana 2,6-dwuchloro-4-nitroanilina stanowi komponent produkowanych przy jej użyciu barwników, od stopnia jej czystości w dużym stopniu zależy również jakość tych barwników.

Zanieczyszczenia 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny produktami ubocznymi powodują trudności w uzyskiwaniu barwników odpowiadających barwnikom wzorcowym, a usuwanie większych ilości zanieczyszczeń jest rzeczą kłopotliwą i kosztowną.

Znany jest również sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny przez chlorowanie gazowym chlorem p-nitroaniliny rozpuszczonej w mieszaninie lodowatego kwasu octowego ze stężonym kwasem solnym, przy czym proces chlorowania prowadzi się w temperaturze 0°C. Utrzymywanie tak niskiej temperatury środowi-

2

ska reakcji wymaga stosowania kosztownego agregatu chłodniczego, a obecność w mieszaninie reakcyjnej kwasu octowego wymaga stosowania specjalnej aparatury odpornej na korozję. Należy tu dodać, że nawet nieznaczne podwyższenie temperatury powyżej 0°C powoduje powstawanie produktów ubocznych w postaci smół. Poza tym stosowany w tej reakcji lodowaty kwas octowy jest stosunkowo drogi.

Stwierdzono, że wytwarza się 2,6-dwuchloro-4-nitroanilinę o wymaganej czystości, jeżeli p-nitroanilinę chloruje się gazowym chlorem w środowisku 40—60-procentowego kwasu siarkowego, przy czym proces chlorowania prowadzi się w temperaturze 20—30°C, a ilości p-nitroaniliny i kwasu siarkowego dobiera się tak, aby część tworzącego się w mieszaninie reakcyjnej siarczanu p-nitroaniliny znajdowała się w postaci zawiesiny w środowisku reakcji, co w znacznym stopniu eliminuje proces utleniania z powstawaniem niepożądanych produktów ubocznych.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku otrzymuje się 2,6-dwuchloro-4-nitroanilinę o wymaganej czystości po jednorazowym jej oczyszczeniu, przy dużej wydajności wynoszącej do 80% wydajności teoretycznej, przy czym temperatura topnienia oczyszczonego już produktu końcowego wynosi 191—193°C. Zastosowanie jako środowiska reakcji taniego kwasu siarkowego zapewnia niskie koszty wytwarzania produktu końcowego.

Przykład. Do chloratora zaopatrzonego w mieszadło wprowadza się 700 litrów 50-procentowego kwasu siarkowego i rozpuszcza w nim 69 kg p-nitroaniliny w temperaturze 70°C. Wytworzony roztwór pozostawia następnie do ochłodzenia się do temperatury 20°C, przy czym po ochłodzeniu się roztworu wydziela się z niego częściowo siarczan p-nitroaniliny. Po uruchomieniu mieszadła do chloratora wprowadza się stopniowo gazowy chlor aż do zakończenia reakcji chlorowania, przestrzegając przy tym, aby temperatura masy reakcyjnej nie przekraczała 30°C. Po zakończeniu procesu chlorowania odsąca się wytworzoną 2,6-dwuchloro-4-nitroanilinę i podaje się ją oczyszczeniu przez rozpuszczenie w 80-procentowym kwasie siarkowym o temperaturze 45°C, dodanie węgla aktywnego, przesączenie i rozcieńczenie przesączu wodą w ilości niezbędnej do otrzymania 50-procentowego stężenia kwasu siarkowego, przy czym po rozcieńczeniu roztworu wypada z niego oczyszczony już produkt końcowy, który odsąca się i suszy. Otrzymuje się w ten sposób 80 kg 2,6-dwu-

chloro-4-nitroanilinę o temperaturze topnienia 191—193°C.

Należy tu podkreślić, że odcieki 50-procentowego kwasu siarkowego mogą ponownie służyć do rozpuszczania dalszych partii p-nitroaniliny, co jeszcze bardziej wpływa na obniżenie kosztów wytwarzania produktu końcowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 2,6-dwuchloro-4-nitroaniliny przez chlorowanie p-nitroaniliny chlorem gazowym w kwaśnym środowisku ciekłym, **znamienny tym**, że p-nitroanilinę rozpuszcza się w ogrzonym 40—60-procentowym kwasie siarkowym, wziętym w takiej ilości, aby po ochłodzeniu się roztworu do temperatury 20—30°C, wydzielił się z niego częściowo siarczan p-nitroaniliny, po czym do tak ochłodzonego roztworu z zawiesiną siarczanu p-nitroaniliny wprowadza się chlor gazowy przestrzegając, aby temperatura masy reakcyjnej nie przekraczała 30°C.