



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223945

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 91/44

(22) Přihlášeno 16 06 82
(21) (PV 4465-82)

(40) Zveřejněno 28 01 83

(45) Vydáno 15 11 85

(75)
Autor vynálezu

SÁDLO LUBOŠ ing., FUKA JOSEF ing., PARDUBICE,
RŮŽEK VLADIMÍR ing., BOHDANEČ

(54) Způsob výroby acetaminofenolů

1

Vynález se týká způsobu výroby acetaminofenolů acetylací aminofenolů acetanhydridem.

Doposud se acetaminofenoly připravují tak, že se aminofenol vnese do vodného prostředí a působením acetanhydridu se převede na acetaminofenol. Při zvýšené teplotě se přidávají klerální prostředky, roztok se zfiltruje a ochlazením případně ještě vysolením se nechá acetaminofenol vykristalovat. Jiné postupy vycházejí z redukčních břechek, které obsahují aminofenol. Částečnou nebo úplnou acetylaci provádějí přímo bez izolace a po kalolisování a případném doacetylování, ochlazením nechají opět vykristalovat acetaminofenol.

Nevýhodou uvedených výrobních postupů je poměrně obtížná a nákladná rekuperace kyseliny octové, která vzniká při acetylaci. Mnohdy se od rekuperace kyseliny octové upouští, což má za následek silné zhoršení kvality odpadních vod.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby acetaminofenolů acetylací aminofenolů acetanhydridem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se acetylace provádí v prostředí organického rozpouštědla jako etylacetátu nebo kyseliny octové při teplotě 45 až 65 °C. Po skončení acetylce se roztok postupně ochladí. Vykrytalovaný surový acetaminofenol se vyizoluje a z matečných louhů se rektifikací poměrně ostře oddělí etylacetát a kyselina octová se oddestiluje za vakua do sucha. Při použití směsi acetanhydrid - kyselina octová se rovněž vydestiluje kyselina octová za vakua do sucha. Pevný zbytek se zahřátím rozpustí v etylacetátu nebo ve vodě a ochlazením získaný acetaminofenol se předává k hlavnímu podílu produktu.

Výhodou postupu podle vynálezu je snadná rekuperace kyseliny octové a snížené znečištění odpadních vod. Další výhodou je zvýšení výtěžku acetaminofenolu na 90 až 97 % teorie

223945

oproti dříve dosaženým 85 % teorie. Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

Do baňky předloženo 386 ml etylacetátu a 216 ml acetanhydridu. Za míchání a chlazení nadávkováno 218 g m-aminofenolu v rozmezí 25 až 45 °C. Po ukončení dávkování m-aminofenolu provedena 1hodinová výdrž při 60 až 65 °C. Ochlazeno na 0 °C a krystalický acetylovaný m-aminofenol odfiltrován. Získáno 279 g (sušina) acetylovaného m-aminofenolu. Z matečných lounů oddestilován etylacetát. Za vakua vydestilována do sucha kyselina octová. Zbytek rozpuštěn při 50 °C ve 100 ml vody. Po ochlazení a zfiltrování získáno 13 g tmavé látky. Rozpuštěno ve 39 ml etylacetátu, zfiltrováno s karborefinem a ochlazeno. Získáno 1,5 g světlého acetylovaného m-aminofenolu. Celkem získáno 280,5 g acetylovaného m-aminofenolu (92,9 % teorie).

P ř í k l a d 2

Do baňky předloženo 150 ml kyseliny octové 100 % a 108 ml acetanhydridu. Za míchání a chlazení nadávkováno 109 g m-aminofenolu v rozmezí 25 až 45 °C. Ochlazeno na 17 °C a krystalický m-aminofenol odfiltrován. Získáno 133 g acetylovaného m-aminofenolu. Z matečných lounů za vakua oddestilována do sucha kyselina octová. Destilační zbytek rozpuštěn při 100 °C ve 100 ml vody. Po zfiltrování a ochlazení získáno 14 g acetylovaného m-aminofenolu. Celkem získáno 147 g acetylovaného m-aminofenolu (97,3 % teorie).

P ř í k l a d 3

Do baňky předloženo 300 ml etylacetátu a 109 g acetanhydridu. Za míchání a chlazení nadávkováno 109 g p-aminofenolu v rozmezí teplot 25 až 45 °C. Po ukončení dávkování p-aminofenolu provedena 1 hodinová výdrž při 60 až 65 °C. Ochlazeno na 5 °C a krystalický acetylovaný p-aminofenol odfiltrován. Získáno 137,5 g acetylovaného p-aminofenolu. Z matečných lounů oddestilován etylacetát. Za vakua vydestilována do sucha kyselina octová. Zbytek rozpuštěn při 60 až 65 °C ve 100 ml etylacetátu. Ochlazeno a zfiltrováno, získány 4 g acetylovaného p-aminofenolu. Celkem získáno 141,5 g produktu (93,7 % teorie).

P ř í k l a d 4

Do baňky předloženo 150 ml kyseliny octové 100 % a 108 ml acetanhydridu. Za míchání a chlazení nadávkováno 109 g p-aminofenolu v rozmezí 25 až 45 °C. Po ukončení dávkování provedena 1 hodinová výdrž při 60 až 65 °C. Ochlazeno na 17 °C a krystalický acetylovaný p-aminofenol odfiltrován. Získáno 129 g acetylovaného p-aminofenolu. Z matečných lounů za vakua oddestilována do sucha kyselina octová. Destilační zbytek rozpuštěn při 100 °C ve 100 ml vody. Po zfiltrování a ochlazení získáno 16 g acetylovaného p-aminofenolu. Celkem získáno 145 g acetylovaného p-aminofenolu (96 % teorie).

P ř í k l a d 5

Acetylace o-aminofenolu obdobně jako v př. 1. Celková výtěžnost 92 % teorie.

P ř í k l a d 6

Acetylace o-aminofenolu obdobně jako v př. 2. Celková výtěžnost 95,5 % teorie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby acetaminofenolů acetylací aminofenolu acetanhydridem vyznačující se tím, že se acetylace provádí v prostředí organického rozpouštědla jako kyseliny octové nebo etylacetátu při teplotě 45 až 65 °C.