



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208097
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 85/26

(22) Přihlášeno 17 04 80
(21) (PV 2679-80)

(40) Zveřejněno 28 11 80

(45) Vydáno 01 12 82

(75)

Autor vynálezu

DRAČKA JAROSLAV ing., PARDUBICE-RYBITVÍ,
JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE a
PSCHEIDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ U PARDUBIC

(54) Způsob stabilizace dietylm-aminofenolu pro vakuovou destilaci

Vynález se týká způsobu stabilizace dietylm-aminofenolu pro vakuovou destilaci, při níž se získává produkt vhodný k výrobě dehtových barviv a opticky zjasňovacích prostředků.

Při vakuové destilaci surového dietylm-aminofenolu dochází za teplot nad 140 °C k rozkladu, jak dietylm-aminofenolu, tak i látek znečišťujících surový produkt, případně i k vzájemným reakcím těchto látek. Produkty těchto reakcí jsou jednak látky o teplotě varu blízké teplotě destilovaného dietylm-aminofenolu, destilují s ním společně, jednak látky charakteru pryskyřic, které zůstávají v destilačním zbytku. Těkavé nečistoty snižují kvalitu destilovaného produktu charakterizovanou teplotou tuhnutí. V průběhu destilace dochází k tepelné expozici i zvyšování teploty taveniny ve vařáku a při dokončování destilace množství nečistot vzrůstá tak, že zadní podíly již kvalitou nevyhovují. To snižuje výtěžek destilace. V destilátu a destilačním zbytku byly zjištěny monoetyl-m-aminofenol, dietylanilin, etylanilin i deriváty difenyléteru a difenylaminu, jejichž složení není dosud objasněno. Tyto látky jsou v surovém dietylm-aminofenolu obsaženy v nižším množství, nebo nejsou obsaženy vůbec.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob stabilizace surového dietylm-aminofenolu pro vakuovou destilaci prováděnou za tlaku 0,6 až 3,5 kPa

a teploty taveniny v rozmezí 145 až 210 °C přidávkem stabilizátoru k surovému dietylm-aminofenolu před destilací, jehož podstatou je, že se jako stabilizátoru použije hydroxidu anebo uhličitanu sodného či draselného nebo kysličníku vápenatého v množství 0,3 až 5,0 % hmotnostního, vztaženo na hmotnost 100 %ního dietylm-aminofenolu v zásadě.

Výhodou postupu podle vynálezu je větší čistota získaného m-aminofenolu při vyšším výtěžku, výrazné snížení množství destilačních zbytků a potlačení nebo podstatné zpomalení rozkladných reakcí při vakuové destilaci.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Do destilační baňky obsahu 2 litry vakuové destilační aparatury se dávkuje 1150 g vodné pasty surového dietylm-aminofenolu o obsahu 89,2 % hmot., tj. 1026 g 100 % dietylm-aminofenolu a 10 g bezvodého uhličitanu sodného. Nejprve se oddestiluje hlavní podíl vody za atmosferického tlaku do teploty taveniny 130 °C, poté se oddestilují zbytky vody při téže teplotě a tlaku kPa (30 Torr). Hlavní frakce dietylm-aminofenolu se destiluje za tlaku 2,00 až 2,27 kPa a teplotě v destilační baňce 160 až 175 °C. Po dosažení této

208 097

teploty se další destilát jímá odděleně a v destilaci se pokračuje do dosažení teploty 210 °C v destilační baňce.

Ze stejné suroviny se provede srovnávací pokus bez přídavku sody.

Přehled výsledků je v tabulce:

	srovná- vací pokus	pokus se sodou
Hlavní podíl dietylm-aminofenolu, g	822	919
Teplota tuhnutí hlavního podílu, °C	69,2	71,4
Zadní podíl, g	51	28
Teplota tuhnutí zadního podílu, °C	42,5	70,1
Výtěžek dietylm-aminofenolu vyhovující kvality, g	873	947
Výtěžek, % (na násadu 100 % látky)	85,1	92,3

Chromatogramy hlavního a zadního podílu ukazovaly u destilace prováděné bez přídavku sody značně vyšší obsahy cizích látek.

Příklad 2

Stejně pokusy jako v příkladu 1 byly provedeny za přídavků různých alkalií. Docílené výsledky jsou uvedeny v tabulce:

Látka	Množství, % hmot.	Teplota tuhnutí průměr. vzorku, °C	Výtěžek %
K ₂ CO ₃	1,5	71,0	92,1
NaOH	0,6	71,2	90,7
KOH	0,5	70,8	90,3
CaO	1,7	70,5	90,4

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stabilizace surového dietylm-aminofenolu pro vakuovou destilaci prováděnou za tlaku 0,6 až 3,5 kPa a teploty taveniny v rozmezí 145 °C až 210 °C, přídavkem stabilizátoru k surovému dietylm-aminofenolu před destilací vyznačený

tím, že se jako stabilizátoru použije hydroxidu anebo uhličitanu sodného či draselného nebo kysličníku vápenatého v množství 0,3 až 5,0 % hmotnostního, vztaženo na hmotnost 100 % dietylm-aminofenolu v násadě.