



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201486

(11) (B1)

(51) Int. Cl³

C 07 C 87/58

(22) Přihlášeno 05 04 79

(21) [PV 2319—79]

(40) Zveřejněno 29 02 80

(45) Vydáno 30 07 82

(75)

Autor vynálezu

NERAD ZDENĚK dr. ing., PARDUBICE

(55) Způsob přípravy 5-chlor-2-metyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlór-2-metyl-4-nitroanilinu

Vynález se týká způsobu přípravy 5-chlor-2-metyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlor-2-metyl-4-nitroanilinu podle Béchampa v suspenzi.

Dosud popsané způsoby přípravy uvedené sloučeniny používaly takové koncentrace nitroanilinu, při nichž diamin po Béchampově redukcí zůstával v roztoku a filtrací se snadno oddělil od železných kalů. Vzhledem k malé rozpustnosti diaminu ve vodě byl velmi nízký objemový výkon reduktoru $-V_i = 1,97 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{h}^{-1}$.

Nyní bylo zjištěno, že lze Béchampovu redukcí uskutečnit v suspenzi s mnohem větší koncentrací výchozí nitrolátky způsobem přípravy 5-chlor-2-metyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlor-2-metyl-4-nitroanilinu podle vynálezu, jehož podstata je v tom, že se redukce provádí v suspenzi při koncentraci 2 až 15 % 5-chlor-2-metyl-4-nitroanilinu vztaheno na celkový objem směsi, vzniklý diamin se oddělí od redukčních kalů horkým vodným roztokem etanolu, po odfiltrování kalů se filtrát ochladí a vykrystalovaný diamin se odfiltruje, z matečného louhu se etanol oddestiluje a destilační zbytek se použije při následující redukcí po doplnění vodou na původní objem.

Vzniklý diamin zůstává sice po uskutečněné redukcí v suspenzi společně s želez-

nými kaly, to však není na závadu, neboť po přidání etanolu do celkové koncentrace kolem 30 % obj. a krátkém povaření pod zpětným chladičem přímo v reduktoru diamin vejde do vodně etanolického roztoku, který se Lovinitem zneutralizuje, karborafinem odparví, kaly se za horka filtrací oddělí a z vodně etanolického roztoku vykrystalizuje diamin o značné čistotě. Diamin se separuje a vzniklé matečné louhy se potom destilací zbaví etanolu, který se po rektifikaci opět použije k další operaci. Destilační zbytek se značným obsahem diaminu se vrátí do příští násady, kde se upraví objem na původní hodnotu vodou a následuje další cyklus redukce.

V porovnání s dosavadními postupy redukce s použitím nižší koncentrace výchozí látky, způsob podle vynálezu umožňuje zvýšení objemového výkonu reduktoru V_i z průměrné hodnoty $1,97 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{h}^{-1}$ na $6,45 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{h}^{-1}$. Kromě toho komplexní recirkulací matečných louhů lze dosáhnout maximálního teoretického výtěžku 97 % proti 93 % u dosud známých postupů.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení podle vynálezu.

Použitý Lovinit je odpadní kysličník hořecnatý s obsahem asi 88 % hmot. kysličníku hořecnatého, znečištěný kysličníky křemíku,

železa, manganu a vápníku.

Příklad

Do 2,5 l Kellerovy baňky, opatřené teplo-
měrem, míchadlem a zpětným chladičem
bylo nasazeno 531,7 g vody, 0,375 g Slova-
solu 0, 97,5 g Fe-pilin a 9 g koncentrované
HCl. Po půlhodinovém leptání za varu bylo
započato s pozvolným dávkováním pasty
nitroderivátu s příslušnými zkouškami na
 Fe^{2+} a ukončení redukce. Dávkování bylo
přerušeno po 2 hodinách. Celkem bylo na-
dávkováno 307,3 g pasty. Po půlhodinovém
domíchávání byla teplota snížena na 80 °C
a přidáno 324,3 g etanolu denaturovaného
toluenem a mícháno další půlhodinu za va-
ru směsi (84 °C), poté přidáno 3,75 g Lovi-
nitu. Asi po deseti minutách, kdy zkouška
na Fe^{2+} byla již negativní, bylo přidáno
4,125 g karborafinu a 0,975 g Na_2SO_3 . Reakč-

ní směs byla filtrována na skládacím filtru
ve vyhřívané nálevce. Redukční kaly byly
promyty 37,5 g horkého 30% etanolu, fil-
trát 1 022 g ochlazen na 26 °C a vykrystali-
zovaný diamín oddělen filtrační na nučl. Po
promytí 75 g vody a odsátí byl sušen ve va-
kuové sušárně při 60 °C do konstatní hmot-
nosti. Filtrát po oddělení diamínu byl po-
droben násadové destilací za použití kolony
o 5 teoretických patrech (kolona Ø 27 mm,
délka 450 mm, náplň Berlova sedla). Z na-
sazených 882 g matečných louhů bylo od-
destilováno 407 g 53% etylalkoholu. Desti-
lační zbytek byl nasazen do následujícího
pokusu místo předpokládané vody a vodou
pouze doplněn na váhu 531,7 g. Tímto způ-
sobem bylo provedeno 10 recirkulací mateč-
ného louhu.

Níže uvedená tabulka ilustruje výsledky postupů provedení podle vynálezu.

Příklad čís.	Recykl	Voda g	Matečný louh po oddest. et-OH g	Produkt		Matečný louh před oddest. et-OH g	Teoret. výťažek %
				g	diaz. anal. diaminu %		
2	0	531,7	—	63,8	98,8	884	86,0
3	0	531,7	—	64,7	99,0	920	87,4
4	0	531,7	—	63,5	100,5	924	88,2
5	1	64,7	467	69,7	98,9	908	94,1
6	2	146,7	385	73,5	97,5	918	96,8
7	3	84,7	447	72,1	99,6	947	97,0
8	4	54,7	477	72,2	100,9	895	97,5
9	5	100,7	431	70,0	100,8	934	94,5
10	6	145,7	386	73,4	99,0	910	98,1
11	7	94,7	437	70,4	99,7	952	94,8
12	8	111,7	420	72,4	92,8	935	95,8
13	9	91,7	440	73,9	98,7	941	98,5
14	10	87,7	444	74,5	97,8	896	98,4

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 5-chlor-2-metyl-1,4-feny-
lendiaminu redukcí 5-chlor-2-metyl-4-nitro-
anilinu, vyznačený tím, že se redukce pro-
vádí v suspenzi při koncentraci 2 až 15 %
5-chlor-2-metyl-4-nitroanilinu vztaženo na
celkový objem směsi, vzniklý diamín se od-
dělí od redukčních kalů horkým vodným

roztokem etanolu, po odfiltrování kalů se
filtrát ochladí a vykrystalovaný diamín se
odfiltruje, z matečného louhu se etanol od-
desitluje a destilační zbytek se použije při
následující redukci po doplnění vodou na
původní objem.