



## POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 39818

Kl. 12q 3

Irena Kurzańska

Warszawa, Polska

Zbigniew Lipski

Warszawa, Polska

MKP 607c, 87/58

MS

### Sposób wytwarzania *p*-toluilenodwuaminy

Patent trwa od dnia 10 grudnia 1955 r.

*P*-toluilenodwuaminę stosuje się między innymi jako sztuczną hennę do barwienia włosów. Trwałość henny sztucznej zależy od jej czystości, czystość zaś od sposobu wytwarzania. Dotychczas znane sposoby otrzymywania *p*-toluilenodwuaminy oparte są na redukcji aminoazotoluenu otrzymywanego z chlorowodoru *o*- lub *m*-toluidyny, który po zdwuazowaniu sprzęga się z *o*- lub *m*-toluidyną na związek amino-dwuazowy (aminoazotoluen).

Sposób według wynalazku polega na redukowaniu aminoazotoluenu za pomocą opiłków żeliwnych w obecności małej ilości kwasu solnego, z równoczesnym odpędzaniem *o*- lub *m*-toluidyny, po czym *o*- lub *m*-toluidynę odpędza z parą wodną za pomocą pary wodnej. Pozostałą po odpędzeniu *o*- lub *m*-toluidyny *p*-toluilenodwuaminę przeprowadza się w chlorowodorek, który wytrąca się solą nieorganiczną, a następnie suszy i poddaje działaniu gazowego amoniaku w celu rozłożenia chlorowodoru. Otrzymaną stałą *p*-toluilenodwuaminę ekstrahuje się rozpuszczalnikiem, a otrzymany roztwór destyluje.

Zamiast przeprowadzenia *p*-toluilenodwuaminy w chlorowodorek, można wyekstrahować ją z roztworu rozpuszczalnikiem, a następnie wydzielić przez destylację. Opisany sposób wytwarzania *p*-toluilenodwuaminy posiada tę wyższość nad znanymi sposobami, że umożliwia połączenie w jeden zabieg redukcji aminoazobenzenu z odpędzaniem z parą wodną *o*- lub *m*-toluidyny, co znacznie upraszcza proces wytwarzania *p*-toluilenodwuaminy. Ponad to zastosowanie do redukcji opiłków żeliwnych w środowisku wodnym słabo kwaśnym od kwasu solnego zamiast stosowanych dotychczas hydrosulfitu lub pyłu cynkowego w środowisku wodnoalkoholowym jest znacznie tańsze i zapewnia bezpieczeństwo pracy. Oddzielanie chlorowodoru *p*-toluilenodwuaminy z roztworu wodnego przez wysolenie solą nieorganiczną pozwala uniknąć jej utleniania, dzięki czemu jest ona trwała i daje się przechowywać jako henna sztuczna przez czas dłuższy.

Przykład I. 10 kg *o*-toluidyny zadaje się 6 kg 30% kwasu solnego i 1,5 kg soli kuchennej.

Następnie w temperaturze 25°C wkrapla się 7,75 kg 40% roztworu azotynu sodowego. Po wkropleniu roztworu azotynu podnosi się temperaturę masy do 35° C i w tej temperaturze miesza w ciągu 24 godzin. Do otrzymanego półproduktu, przemytego wodą i przeniesionego do reduktora, dodaje się 50 l wody, 15 kg opilek żeliwnych i 2,5 kg 30% kwasu solnego. Do reduktora doprowadza się parę wodną, która utrzymuje odpowiednią temperaturę, i z którą oddestylowuje się *o*-toluidynę powrotną. Operacja jest zakończona gdy w skroplinach zanika *o*-toluidyna. Po ostygnięciu roztworu w reduktorze dodaje się do niego 1 kg sody w celu wytrącenia żelaza. Szlam żeliwny odsąca się, a roztwór zawierający *p*-toluilenodwuaminę poddaje ekstrakcji eterem. Surowy produkt destyluje się pod ciśnieniem zwykłym lub zmniejszonym. Otrzymuje się około 3 kg czystej, bezbarwnej *p*-toluilenodwuaminy.

**Przykład II.** Postępuje się jak w przykładzie I, lecz roztwór zawierający *p*-toluilenodwuaminę zawiera się 2,7 kg 30%-ego kwasu solnego i dodaje soli kuchennej w ilości odpowiadającej roztworowi nasyconemu. Wytrącony chlorowodorek *p*-toluilenodwuaminy suszy się i poddaje działaniu gazowego amoniaku, a następnie ekstrahuje się benzenem. Surowy produkt destyluje się pod ciśnieniem zwykłym lub zmniejszonym. Otrzymuje się około 3 kg czystej, bezbarwnej *p*-toluilenodwuaminy.

dwuaminy suszy się i poddaje działaniu gazowego amoniaku, a następnie ekstrahuje się benzenem. Surowy produkt destyluje się pod ciśnieniem zwykłym lub zmniejszonym. Otrzymuje się około 3 kg czystej, bezbarwnej *p*-toluilenodwuaminy.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania *p*-toluilenodwuaminy przez redukcję aminoazotoluenu, za pomocą opilek żeliwnych w obecności małej ilości kwasu solnego, znamienny tym, że w czasie redukcji odpędza się *o*- lub *m*-toluidynę za pomocą pary wodnej.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że otrzymaną *p*-toluilenodwuaminę przeprowadza w chlorowodorek, który wytrąca się z roztworu solą nieorganiczną, a następnie suszy i poddaje działaniu gazowego amoniaku w celu rozłożenia chlorowodorku, po czym *p*-toluilenodwuaminę ekstrahuje się rozpuszczalnikiem i destyluje.

Irena Kurzańska

Zbigniew Lipski

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych.