



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217233

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 01 06 81

(21) (PV 4039-81)

(40) Zveřejněno 26 02 82

(45) Vydáno 15 03 85

(51) Int. Cl.³

G 07 G 143/58

(75)

Autor vynálezu

PSCHIEDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ, VRÁNA MILAN dr., PARDUBICE

(54) Způsob izolace sodné soli kyseliny dietylmetailové

Kyselina dietylmetailová a její sodná sůl se používá pro výrobu barviv, hlavně však pro výrobu m-aminofenolu, důležitého meziproduktu pro výrobu opticky zjasňujících prostředků kumarinového typu. Izolace kyseliny dietylmetailové se provádí tak, že se z reakční směsi po etylaci oddělí filtrací chlorid sodný a filtrát se po oddestilování těkavých podílů zředí vodou a/nebo matečnými louhy tak, aby koncentrace chloridu sodného v roztoku byla menší než 12 % hmotnostních.

Vynález se týká způsobu izolace sodné soli kyseliny dietylmelanilové z reakční směsi po etylaci melanilátu sodného etylchloridem ve vodném prostředí.

Kyselina dietylmelanilová v podobě své sodné soli je používána pro výrobu barviv, převážně však slouží pro výrobu barviv, převážně však slouží pro výrobu dietylm-aminofenolu, důležitého meziproduktu pro výrobu opticky zjasňujících prostředků kumarinového typu. Dietylm-aminofenol se vyrábí tavením sodné soli kyseliny dietylmelanilové s hydroxidem draselným. Kvalita i výtěžek dietylm-aminofenolu jsou významně ovlivněny jakostí použité sodné soli kyseliny dietylmelanilové. Při vyšším obsahu chloridu sodného v násadě sodné soli kyseliny dietylmelanilové pro alkalické tavení zhoršuje se průběh tavení a tavenina je obtížně míchatelná. Tyto negativní jevy se nepodařilo řešit úpravou režimu tavení.

Při výrobě kyseliny dietylmelanilové etylací sodné soli kyseliny melanilové etylchloridem ve vodném roztoku při zvýšené teplotě a odpovídajícím zvýšeném tlaku, za postupného přidávání roztoku hydroxidu sodného pro vázání reakcí uvolněného chlorovodíku, je kyselina dietylmelanilová izolována z reakční směsi ve formě své sodné soli vysolením roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 40 až 45 % hmotnostních po předchozím oddělení krystalického chloridu sodného filtrací a oddestilování těkavých podílů jako etanolu a dietyléteru. Přestože byly zkoušeny různé postupy vysolování, nepodařilo se žádným z nich snížit obsah chloridu sodného ve filtračním koláči sodné soli kyseliny dietylmelanilové. Tento se u převozních operací stále pohyboval v rozmezí 10 až 20 %, a to v případě použití tlakových filtrů umožňujících dobré odvodnění koláče.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob izolace sodné soli kyseliny dietylmelanilové z reakční směsi po etylaci podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se z reakční směsi po etylaci oddělí filtrací chlorid sodný a filtrát se po oddestilování těkavých podílů zředí vodou a/nebo matečnými louhy tak, aby koncentrace chloridu sodného v roztoku byla menší než 12 % hmotnostních, načež se provede běžným způsobem vysolení produktu vodným roztokem hydroxidu sodného. Při izolaci prováděné tímto způsobem nedochází při přidávání roztoku hydroxidu sodného k současnému vysolování chloridu sodného se sodnou solí kyseliny dietylmelanilové z roztoků o koncentraci 320 až 370 g.l⁻¹ kyseliny dietylmelanilové.

Bylo zjištěno, že ředění reakční směsi před filtrací chloridu sodného umožňuje sice provedení filtrace i na méně účinném zařízení, významně se však snižuje množství izolovaného chloridu sodného a zvyšuje se obsah chloridu sodného v roztoku postupujícím na destilaci těkavých organických podílů a na vysolování.

Při destilaci těkavých podílů (etanol, dietyléter) odchází v destilátu také část vody a z přesyceného roztoku vypadává část chloridu sodného. Před přidáváním vysolovacího činidla (42 až 45% roztok hydroxidu sodného) musí být krystalický chlorid sodný přidávkem vody znovu rozpuštěn a jeho koncentrace upravena na hodnotu pod hmotnostně 12 %. Za těchto podmínek již přidáním roztoku hydroxidu sodného ani při dosažení koncentrací NaOH hmotnostně 20 až 23 % nedochází k současnému vysolování chloridu sodného se sodnou solí kyseliny dietylmelanilové. Tímto postupem je získán produkt, který při obsahu kyseliny dietylmelanilové vyšším než 60 % neobsahuje více než 5 % chloridu sodného (obvykle 2,5 až 3,5 %), zatímco dosavadním způsobem izolovaná sodná sůl kyseliny dietylmelanilové obsahuje více než 9 % chloridu sodného.

Použitím takto izolované sodné soli kyseliny dietylmelanilové pro přípravu dietylm-aminofenolu se zvýšil výtěžek alkalického tavení na surový dietylm-aminofenol z původních 77 % na 85 % teoretického množství.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení. Procenta a díly jsou míněny hmotnostně, pokud není jinak uvedeno.

P ř í k l a d 1

Do etylačního autoklávu se předloží 900 kg kyseliny metanilové (m.h. 173) ve formě 46% vodného roztoku sodné soli, obsahujícího také 220 až 250 kg chloridu sodného. K násadě se natlačí 1 000 kg etylchloridu a při teplotě 115 až 125 °C během 1 až 3 hodin 1 180 kg roztoku hydroxidu sodného. Reakce se dokončí vyhřátím na 145 °C při tlaku v autoklávu 2,3 MPa. Po skončení etylace je reakční směs ochlazena na 80 až 95 °C a při této teplotě se na vhodném filtračním zařízení oddělí krystalický chlorid sodný. Filtrát je pak destilací zbaven těkavých organických podílů (etanol, dietyléter) v množství 450 litrů. Zbývající obsah destilačního kotle je pak zředěn vodou tak, aby koncentrace chloridu sodného byla nižší než 12 % (cca 450 l). Sodná sůl kyseliny dietylmethanilové je vysolena přidávkou 640 kg 100% hydroxidu sodného ve formě 40 až 45% roztoku při 65 až 80 °C a ochlazením za míchání na teplotu 15 až 25 °C. Filtrací je izolován produkt s výtěžkem 84 %, který obsahuje 60 až 65 % kyseliny dietylmethanilové, 3,2 % chloridu sodného a 3,4 % hydroxidu sodného. Tento je zpracován alkalickým tavením na dietyl-m-aminofenol. Výtěžek surového dietyl-m-aminofenolu je 85 % teorie.

P ř í k l a d 2

Postup podle příkladu 1 s tím rozdílem, že krystalický chlorid sodný izolovaný z reakční směsi po etylaci na vhodném filtračním zařízení je promyt 400 l matečných louhů po filtraci sodné soli kyseliny dietylmethanilové přehřátých na 85 °C. Spojené filtráty se zpracují dále podle příkladu 1. Výtěžek kyseliny dietylmethanilové (sodné soli) je 86 % teorie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob izolace sodné soli kyseliny dietylmethanilové z reakční směsi po etylaci sodné soli kyseliny metanilové etylchloridem ve vodném prostředí vyznačující se tím, že se z reakční směsi po etylaci oddělí filtrací chlorid sodný a filtrát se po oddestilování těkavých podílů zředí vodou a/nebo matečnými louhy na koncentraci chloridu sodného v roztoku menší než hmotnostně 12 % načež se provede běžným způsobem vysolení produktu vodným roztokem hydroxidu sodného.