



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208019
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 87/58

(22) Přihlášeno 03 07 79

(21) (PV 4653-79)

(40) Zveřejněno 28 11 80

(45) Vydáno 01 10 82

(75)

Autor vynálezu

NERAD ZDENĚK dr. ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 5-chlor-2-methyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlor-2-methyl-4-nitroanilinu

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

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

Redukci podle Béchampa v suspenzi je možno provádět také tak, že se použije mnohem vyšší koncentrace výchozí nitrolátky podle čs. autorského osvědčení č. 201 486. Tím se podstatně zvýší objemový výkon reduktoru. Vzniklý diamin se odděluje od redukčních kalů horkým ethanolem.

Nyní bylo zjištěno, že velmi dobrých výsledků při redukcí odpovídajícího nitroderivátu na 5-chlor-2-methyl-1,4-fenylendiamin lze dosáhnout, použijeli se k oddělení diaminu místo ethanolu vody. Použití vody jako rozpouštědla umožňuje odstranění manipulace s ethanolem.

Podstatou způsobu přípravy 5-chlor-2-methyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlor-2-methyl-4-nitroanilinu v suspenzi s koncentrací 2 až 15 % výchozí látky vztaženo na celkový objem směsi, oddělením redukčních kalů, filtrací, ochlazením

filtrátu a filtrací vykrystalovaného diaminu spočívá podle vynálezu v tom, že se oddělení diaminu od redukčních kalů provádí horkou vodou o teplotě 95 až 98 °C.

Níže uvedený příklad ilustruje provedení podle vynálezu.

Příklad

Do reduktoru se předioží 2839 l vody. Voda se ohřeje na 85 °C a vnese se 2 kg Slovasolu 0 (adukt oleylalkoholu s 20 mol ethylenoxidu) a 521 kg železných pilin. Vyhřívá se dále na 95 až 98 °C a připustí se z odměrky 48 kg 31 % kyseliny solné. Nato se uzavře vyhřívání a do reakční směsi se vnese asi 4 až 8 kg pasty chlormethylnitroanilinu. Teplota vystoupí k varu. Během první hodiny se vnáší do reakční směsi šnekovým dávkovačem rovnoměrně 90 kg pasty a zbytek se vnese během dalších 4,5 h. V intervalu 1/4 až 1/2 hodiny se provádí kontrola. Celkem se vnese tolik pasty, kolik odpovídá 471 kg 100 % chlormethylnitroanilinu. Po provedení zkoušky se v reduktoru vysráží Fe^{2+} ionty přebytkem Lovinitu (preparát na bázi surového MgO). Po vysrážení Fe^{2+} iontů se vnese 22 kg karborafinu a siričitan sodný.

Obsah reduktoru se za horka připustí do rozpouštěcí kádě obsahující 13 700 kg horké vody (95 až 98 °C), kde se důkladně rozpustí diamin. Redukční

kaly se oddělí na kalolisu a filtrát se nechá ochladit za míchání v krystalizátoru. Vypadlé krystaly diaminu se oddělí na kalolisu a vysuší ve vakuové sušárně. Získá se 340 kg 5-chlor-2-methyl-1,4-fe-

nylendiaminu a 731 kg vlhkých redukčních kalů. Matečné louhy se odpouští do kanalizace, popřípadě zčásti využijí na místo předkládané vody na začátku procesu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 5-chlor-2-methyl-1,4-fenylendiaminu redukcí 5-chlor-2-methyl-4-nitroanilinu v suspenzi za použití výchozí látky v koncentraci 2 až 15 % vztaženo na celkový objem směsi,

oddělením redukčních kalů, filtrací, ochlazením filtrátu a filtrací vykrystalovaného diaminu vyznačený tím, že se oddělení redukčních kalů provádí horkou vodou o teplotě 95 až 98 °C.