



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

242 615

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 27 12 82

(21) PV 9707-82

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 109/04

(40) Zverejnené 31 08 85

(45) Vydané 01 05 88

(75)

Autor vynálezu

TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc.;

SOHLER ERVÍN RNDr. CSc.;

JANČINA OTAKAR ing., BRATISLAVA

(54)

Spôsob izolácie fenylhydrazínhydrochloridu

Vynález sa týká spôsobu izolácie fenylhydrazínhydrochloridu z reakčnej zmesi získanej hydrolýzou fenylhydrazíndisulfónanu sodného kyselinou chlorovodíkovou. Reakčná zmes sa po neutralizácii roztokom amoniaku alebo hydroxidom alkalického kovu protiprúdne extrahuje aromatickým organickým rozpúšťadlom, z ktorého sa zriedenou kyselinou chlorovodíkovou získa roztok fenylhydrazínhydrochloridu. Fenylhydrazínhydrochlorid je dôležitý medziprodukt pri výrobe farmaceutických preparátov, farbív a pesticídov.

Vynález sa týka spôsobu izolácie fenylyhydrazínhydrochloridu.

Napriek tomu, že fenylyhydrazínhydrochlorid sa stal dôležitým medziproduktom pre výrobu farmaceutických preparátov, farbív, pesticídov a pod., ešte aj doteraz je vo veľkoprevádzkovom meradle využívaný klasický postup výroby, založený na diazotácii anilínu, nasledujúcej redukcii benzéndiazóniumchloridu a hydrolýze fenylyhydrazíndisulfónanu sodného. Na tomto princípe je známa aj kontinuálna príprava /Chemie - Ing. - Techn. 37, 402, /1965/, Chemie-Ing.Techn. 52, 58, /1980//.

Nevýhodou uvedených postupov je, že po vysolení fenylyhydrazínhydrochloridu a jeho odfiltrovaní z reakčnej zmesi po hydrolýze fenylyhydrazíndisulfónanu sodného ostáva v matečnom roztoku cca 10 % reakciou vzniknutého fenylyhydrazínhydrochloridu a izolovaný produkt nie je dostatočne čistý.

Teraz sa zistil spôsob izolácie fenylyhydrazínhydrochloridu z reakčnej zmesi získanej hydrolýzou fenylyhydrazíndisulfónanu sodného chlorovodíkovou kyselinou podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že reakčná zmes sa po neutralizácii roztokom amoniaku alebo hydroxidom alkalického kovu protiprúdne extrahuje aromatickým organickým rozpúšťadlom zo skupiny zahrňujúcej benzén, xylén, toluén, etylbenzén, z ktorého sa zriedenou kyselinou chlorovodíkovou získa roztok fenylyhydrazínhydrochloridu.

Výhodou tohoto spôsobu je, že nedochádza ku stratám fenylyhydrazínhydrochloridu ako pri jeho vysolovaní zo surovej reakčnej zmesi, nasledujúcej filtrácii a jednostupňovej extrakcii technického fenylyhydrazínu.

Ďalšou výhodou postupu je, že extrakciou fenylyhydrazínu kyselinou chlorovodíkovou z roztoku aromatického rozpúšťadla sa získa vysoko čistý fenylyhydrazínhydrochlorid bez sprievodných nečistôt fenolického a smolovitého charakteru.

Je potrebné tiež zdôrazniť, že pri postupe podľa vynálezu zní-

ži sa podiel minerálnych látok, fenolických nečistôt v odpadových vodách.

Nasledujúce príklady ozrejmujú, ale neobmedzujú predmet vynálezu.

P r í k l a d 1

K 901 g reakčnej zmesi s obsahom 191,8 g fenylylhydrazín-disulfónanu sodného sa pridávalo 155,8 g 32 %-nej kyseliny chlorovodíkovej pri teplote 80 až 90 °C po dobu 1 h. Po ďalších 4 hodinách sa zmes za súčasného chladenia zneutralizovala 40 %-ným vodným roztokom hydroxidu sodného na pH 7 a dávkovala sa laboratórnym dávkovacím čerpadlom do hornej časti vibračného etážového extraktora. Protiprúdne sa dávkovalo 632 g xylénu do spodnej časti extraktora. Xylénový roztok fenylylhydrazínu sa pretrepal so 653 g 3,4 %-nej kyseliny chlorovodíkovej, čím sa získalo 739 g 11,9 %-ného vodného roztoku čistého fenylylhydrazínhydrochloridu. Výťažok fenylylhydrazínhydrochloridu, počítaný na fenylylhydrazíndisulfónan sodný, predstavuje 99 % teórie.

P r í k l a d 2

Postupom ako v príklade 1 len za použitia toluénu ako rozpúšťadla sa získalo 739 g 11,8 %-ného vodného roztoku čistého fenylylhydrazínhydrochloridu, čo predstavuje 98,2 % teórie, počítané na fenylylhydrazíndisulfónan sodný.

P r í k l a d 3 /porovnávací/

57,8 g 98,9 %-ného anilínu sa rozpustilo v 290 g 18,1 %-nej kyseliny chlorovodíkovej a pri 2 - 5 °C sa k miešanému roztoku pridalo 105,9 g 40 %-ného vodného roztoku dusitanu sodného. Získaný roztok diazóniovej soli sa pri teplote 30 - 35 °C postupne pridal do 448,6 g redukčného roztoku /obsahoval 41,4 g hydrogénsiričitanu sodného a 115,4 g siričitanu sodného/. Potom sa reakčná zmes zahriala 1 h. na 80 °C, kyselinou octovou sa upravilo pH na 6 až 6,5 a pridalo sa 1 g zinkového prachu. Po 1 h miešania sa zmes za horúca prefiltrovala, k filtrátu sa za miešania pridalo pri teplote 80 - 90 °C 160 g

32 %-nej kyseliny chlorovodíkovej a pokračovalo sa ešte 4 h v miešaní. Potom sa reakčná zmes ochladila na 15 - 20 °C a vypadnutý fenyldrazínhydrochlorid sa odfiltroval.

Získalo sa 120 g filtračného koláča s obsahom 80,6 g fenyldrazínhydrochloridu, čo odpovedá 90,81 % výťažku, počítané na východiskový anilín.

P R E D M E T V Y N A - K E Z U

242 815

Spôsob izolácie fenylhydrazínhydrochloridu z reakčnej zmesi získanej hydrolýzou fenylhydrazíndisulfónanu sodného kyselinou chlorovodíkovou vyznačujúci sa tým, že reakčná zmes sa po neutralizácii roztokom amoniaku alebo hydroxidom alkalického kovu protiprúdne extrahuje aromatickým organickým rozpúšťadlom zo skupiny zahrňujúcej benzén, toluén, xy-lén, etylbenzén, z ktorého sa zriedenou kyselinou chlorovodíkovou získa roztok fenylhydrazínhydrochloridu. .