

C04e 141/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40019

Kl. 12q, 3

Tadeusz Burchaciński

Gliwice, Polska

Tadeusz Śnieżek

Gliwice, Polska

Sposób otrzymywania czystego siarczanu lub siarczynu NN-dwuetyloparafenylenodwuaminy z dwuetylo- aniliny zawierającej monoetyloanilinę

Patent trwa od dnia 11 maja 1956 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania czystego siarczanu lub siarczynu NN-dwuetyloparafenylenodwuaminy z dwuetyloaniliny zawierającej monoetyloanilinę.

Siarczan lub siarczyn N,N-dwuetyloparafenylenodwuaminy stosowany do celów fotograficznych musi być zupełnie czysty i nie może zawierać nawet śladów związku monoetylowego, to też jako materiał wyjściowy do wytwarzania tego związku stosowano dotychczas tylko zupełnie czystą dwuetyloanilinę, otrzymywaną drogą kłopotliwego oczyszczania. Taką dwuetyloanilinę, pozbawioną w zupełności monoetyloaniliny, poddawano w znany sposób nitrozowaniu i redukcji, po czym po zalkalizowaniu, wydzielano wolną N,N-dwuetyloparafenylenodwuaminę za pomocą rozpuszczalników organicznych i wreszcie, po przedestylowaniu

przeprowadzano aminę w siarczan w środowisku bezwodnego eteru alkoholowym roztworem kwasu siarkowego.

Sposób według wynalazku pozwala na otrzymanie siarczanu lub siarczynu NN-dwuetyloparafenylenodwuaminy w postaci bardzo czystej i nadającej się do celów fotograficznych z technicznej a nawet odpadkowej dwuetyloaniliny, zanieczyszczonej dużą ilością monoetyloaniliny (np. do 20%).

Sposób według wynalazku polega na tym, że mieszaninę dwuetyloaniliny z monoetyloaniliną lub techniczną dwuetyloanilinę nitrozuje się w niskiej temperaturze, po czym mieszaninę znitrozowanych amin zjada się chlorkiem cynkowym, przy czym wytrąca się związek kompleksowy chlorowodoru paranitrozodwuetyloaniliny z chlorkiem cynkowym, a

związek monoetylowy nie wytrąca się, lecz ~~pozostaje w roztworze~~ w roztworze. Otrzymany związek kompleksowy oddziela się następnie drogą mechaniczną, na przykład przez odsączenie lub odwirowanie i przemywa go niewielką ilością rozpuszczalników organicznych (np. alkoholem etylowym, metylem lub benzenem albo też jego homiologami), w celu usunięcia resztek związku monoetylowego.

Chlorek cynkowy nie tylko umożliwia więc wyeliminowanie związku monoetylowego ale także stwarza możliwość dogodnego wyodrębnienia w postaci stałej chlorowodoru paranitrozodwuetyloaniliny z roztworów porożonych.

~~Do rozdzielania~~ ~~pochność~~ ~~nitrozoj~~ wydziela się wolną N,N-dwuetyloparafenylenodwuaminę przez mechaniczne rozdzielanie z roztworów alkalicznych i oczyszcza się ją drogą destylacji próżniowej. W celu otrzymania krystalicznego siarczanu aminy, wolną aminę zadaje się do odpowiedniego pH (najlepiej 2-3) kwasem siarkowym i alkoholem metylowym lub innym rozpuszczalnikiem organicznym niezawierającym wody i nie wchodzącym w reakcję z siarczanem aminy.

W celu otrzymania siarczanu NN-dwuetyloparafenylenodwuaminy zamiast kwasu siarko-

wego stosuje się gazowy dwutlenek siarki w obecności odpowiedniej ilości wody.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czystego siarczanu lub siarczyny NN-dwuetyloparafenylenodwuaminy z dwuetyloaniliny zawierającej monoetyloanilinę, znamienny tym, że mieszanie dwuetyloaniliny z monoetyloaniliną lub techniczną dwuetyloaniliną nitruje się i mieszanie znitrowanych amin ~~zadaje~~ ~~chloru~~ ~~cyngowym~~, przy czym wytrąca się kompleksowy związek chlorowodoru paranitrozodwuetyloaniliny z chlorem cynkowym, który to związek oddziela się drogą mechaniczną, przemywa i poddaje redukcji, po czym wydziela się wolną N,N-dwuetyloparafenylenodwuaminę przez mechaniczne rozdzielanie z roztworów alkalicznych, oczyszcza ją drogą destylacji próżniowej i przeprowadza w siarczan lub siarczynę przez działanie kwasem siarkowym lub dwutlenkiem siarki w obecności alkoholu metylowego.

Tadeusz Burchaciński
Tadeusz Śniezek

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych