



Patent dodatkowy

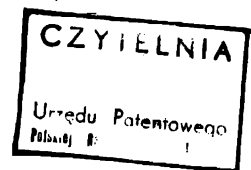
do patentu nr _____

Zgłoszono: 22.12.76 (P. 194644)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.07.78

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1979



Int. Cl.³ C07C 31/44

Twórcy wynalazku: Aleksandra Jankowska, Józef Masłon, Stanisława Murzyn, Bolesław Strawski, Jan Daraż, Wiesław Moszczyński

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania p-aminofenolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania p-aminofenolu. p-aminofenol jest półproduktem, stosowanym w przemyśle farmaceutycznym, barwnikarskim, futrzarskim i fotograficznym.

Według znanych sposobów p-aminofenol otrzymuje się przez redukcję p-nitrofenolu lub nitrobenzenu metodami chemicznymi, elektrochemicznymi bądź bezpośrednio wodorem, przy zastosowaniu odpowiednich katalizatorów. Jednym ze znanych sposobów wytwarzania p-aminofenolu jest redukcja p-nitrofenolu żelazem w środowisku kwaśnym, najczęściej w obecności kwasu solnego.

p-Nitrofenol, stosowany do wytwarzania p-aminofenolu, jest na ogół otrzymywany przez ciśnieniową hydrolizę p-chloronitrobenzenu, prowadzoną w środowisku alkalicznym. Z masy reakcyjnej otrzymanej po hydrolizie wydziela się go przez wykwaszanie kwasem mineralnym i filtrowanie.

Zasadniczą wadą znanych metod wytwarzania p-aminofenolu, opartych na redukcji p-nitrofenolu żelazem w środowisku kwaśnym jest to, że otrzymuje się produkt techniczny o niskiej jakości (zawartość p-aminofenolu 92—96%), który wymaga dodatkowego oczyszczania metodą krystalizacji. Istotą wynalazku jest prowadzenie procesu wytwarzania p-aminofenolu bezpośrednio z p-nitrofenolanu sodowego, zawartego w mieszaninie poreakcyjnej, otrzymanej po ciśnieniowej hydrolizie p-chloronitrobenzenu, polegające na jednoczesnym wykwaszaniu p-nitrofenolanu sodowego kwasem

2

solnym i redukcji żelazem powstającego p-nitrofenolu w jednej operacji.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że jeżeli proces prowadzi się bez wydzielania p-nitrofenolu otrzymuje się p-aminofenol techniczny o wysokiej czystości (powyżej 98%), który nie wymaga dodatkowego oczyszczania.

Sposobem według wynalazku p-aminofenol otrzymuje się przez jednoczesne dozowanie gorącego roztworu p-nitrofenolanu sodowego o temperaturze 90—95°C w wodzie lub w zawróconym odcieku i stężonego kwasu solnego do mieszaniny zawierającej opiłki żelaza, wodę lub zawrócony odciek oraz stężony kwas solny, utrzymując temperaturę reakcji 85—95°C i pH w granicach 5—6.

Dzięki zastosowaniu sposobu według wynalazku unika się wydzielania p-nitrofenolu z mieszaniny reakcyjnej otrzymanej po ciśnieniowej hydrolizie p-chloronitrobenzenu przez wykwaszanie i filtrację. Pozwala to na duże uproszczenie technologii otrzymywania p-aminofenolu. Ponadto takie prowadzenie procesu wytwarzania p-aminofenolu pozwala na znaczne zmniejszenie ilości ścieków oraz na przeprowadzenie wysokotoksykownych związków nitrowych, zawartych w ściekach w mniej toksyczne związki aminowe. Ma to szczególnie ważne znaczenie dla ochrony środowiska. p-Aminofenol, otrzymywany sposobem według wynalazku, posiada wysoki stopień czystości.

Przykład I. 375 g wody i 137,5 g opiłków

żeliwnych ogrzewa się do temperatury 80°C, dodaje się 8,9 g 36% kwasu solnego i miesza w ciągu 15 minut w temperaturze 85–95°C.

Równocześnie rozpuszcza się 480 g zawiesiny p-nitrofenolanu sodowego (zawierającej 26% p-nitrofenolanu sodowego, 8% chlorku sodowego i 1,5% wodorotlenku sodowego) w 720 g wody w temperaturze 90°C.

Po zakończeniu wstępnego wytrawiania opilków żeliwnych dozuje się jednocześnie mieszając, uprzednio przygotowany roztwór p-nitrofenolanu sodowego o temperaturze 90°C i 81,3 g 36% kwasu solnego. Dozowanie prowadzi się w ciągu 1 godziny, utrzymując pH mieszaniny reakcyjnej w granicach 5–6 i temperaturę w granicach 85–95°C. Po zakończeniu dozowania zawartość reaktora utrzymuje się w temperaturze 85–95°C w ciągu dwóch godzin, po czym dodaje się 655 g wrzącej wody i miesza w ciągu 15 minut. Następnie odsąca się na gorąco szlam tlenków żelaza, a przesącz gotuje z 7,5 g węgla aktywnego. Ponownie sączy się na gorąco, przesącz ochładza do temperatury 70–80°C, wprowadza się 3,8 g podsiarczanu sodowego i roztwór poddaje się krystalizacji w atmosferze azotu. Wykrystalizowany produkt sączy się,

przemywa 187 ml wody i 187 ml 3% roztworu pirosiarczynu sodowego, a następnie suszy się. Otrzymuje się 53,6 g p-aminofenolu o czystości około 98%. Przesącz zawraca się do następnej szarży.

Przykład II. p-Aminofenol otrzymuje się w sposób analogiczny, jak w przykładzie I, z tym że zamiast wody do rozpuszczania p-nitrofenolanu sodowego, wytrawiania opilków żeliwnych i rozcieńczania mieszaniny poreakcyjnej stosuje się odciek z poprzedniej szarży. Wydajność i czystość produktu analogicznie jak w przykładzie I. Przesącz końcowy otrzymany w tym przypadku kieruje się do ścieków.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania p-aminofenolu, **znamienny tym**, że mieszaninę poreakcyjną, otrzymaną po ciśnieniowej hydrolizie p-chloronitrobenzenu, zawierającą gorący p-nitrofenolan sodowy poddaje się w jednej operacji jednoczesnemu wykwaszeniu i redukcji.

2. Sposób wg zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w wodzie lub zawróconym odcieku, w temperaturze 85–95°C i przy pH w granicach 5–6.