



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215470
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 29 12 80
(21) (PV 9374-80)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 85/11
C 07 C 87/56

(40) Zveřejněno 30 10 81
(45) Vydáno 01 01 85

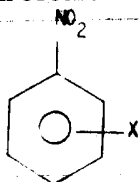
(75)

Autor vynálezu

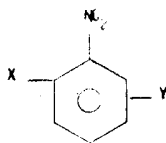
PAŠTÁLKA KAREL ing., CHRUDIM, ROMAN JAN ing., SCHERKS JAN,
PARDUBICE

(54) Způsob redukce aromatických nitrolátek

Vynález se týká způsobu redukce skupiny aromatických nitrolátek obecného vzorce I,

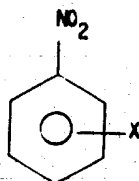


kde X značí jeden ze substituentů metyl, etyl, metoxy nebo etoxy a dále obecného vzorce II

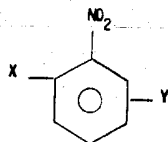


kde X a Y značí substituent metyl nebo metoxy, hydrazinhydrátem na příslušné aminy používané jako barvářské polotovary. Proti dosavadním způsobům vedení této redukce v roztocích organických rozpouštědel řeší vynález tuto redukci v tavenině výchozí nitrolátky při teplotě 100 až 120 °C, s výhodou při 105 až 110 °C.

Vynález se týká způsobu redukce aromatických nitrolátek obecného vzorce I,



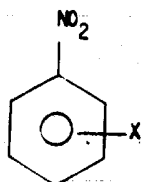
kde X značí jeden ze substituentů metyl, etyl, metoxy nebo etoxy, a dále obecného vzorce II,



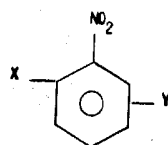
kde X a Y značí substituent metyl nebo metoxy, hydrazinhydrátem. Této redukce je možno použít při syntéze mnoha barvářských polotovarů.

Dosud publikované způsoby redukce aromatických nitrolátek hydrazinhydrátem jsou prováděny v roztoku organických rozpouštědel za katalýzy Raney niklem, palladiem, platinou, železem nebo mědí při teplotách v rozmezí 20 °C až bodu varu použitého rozpouštědla. Nevýhodou těchto způsobů je používání nákladných katalyzátorů v případě platinových kovů a hlavně přítomnost organických rozpouštědel se všemi negativními důsledky. Z ostatních používaných redukcí je redukce vodíkem málo vhodná k použití při nízkotonážních výrobcích obvyklých u barvářských polotovarů a často používaná klasická Béchampovská redukce je příliš pracná.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob redukce aromatických nitrolátek obecného vzorce I,



kde X značí jeden ze substituentů metyl, etyl, metoxy nebo etoxy, a dále obecného vzorce II,



kde X a Y značí substituent metyl nebo metoxy, hydrazinhydrátem za katalýzy Raney niklem, železem nebo mědí, spočívající v tom, že redukce se provádí v tavenině výchozí nitrolátky při teplotě 100 až 120 °C, s výhodou při 105 až 110 °C.

Nutnou podmínkou při tomto způsobu vedení redukce je teplota převyšující bod varu vody, aby se v průběhu redukce odpařovala jak voda obsažená v redukčním činidle, tak i voda reakční. Z hlediska tepelné bilance je průběh redukce exotermní reakcí a vyžaduje ve větších objemech dobré míchání a chlazení.

Výsledkem redukce je tavenina finální aminolátky ve velmi dobré čistotě s obsahem katalyzátoru, který lze po oddělení znovu použít. Hlavním efektem tohoto způsobu redukce je nepoužití organických rozpouštědel, protože výchozí nitrolátka sama o sobě vytváří dostatečně vhodné prostředí pro průběh redukce. Nepřítomnost organických rozpouštědel znamená zlevnění výroby ve fázi materiálových nákladů, snižuje spotřebu energií potřebných na oddělování a regeneraci rozpouštědel a významné je i snížení nároků na výrobní zařízení z hlediska bezpečnosti a hygieny práce.

Příklady provedení

Příklad 1

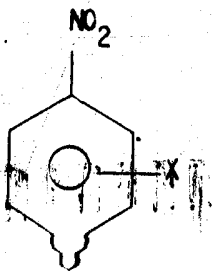
Do 0,5 l Kellerovy baňky se čtyřmi hrdly bylo předloženo 137 g o-nitrotoluen, 4 g práškového katalyzátoru, vloženo míchadlo, teploměr, připojen sestupný chladič a dávkovací čerpadlo na hydrazinhydrát. Po vyhřátí na zvolenou teplotu bylo dávkováno 110 g hydrazinhydrátu po dobu 4 hodin, pokud ukončení vývoje dusíku z reakce neindikovalo konec redukce. Potom bylo nadávkováno ještě navíc cca 6 g hydrazinhydrátu a ponecháno za míchání ještě 1 hodinu. Po zastavení míchadla se nechal 15 minut sedimentovat katalyzátor a produkt byl poté odtažen. Byl získán výtěžek 94 % th.

Příklady 2–6

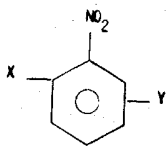
Postup byl shodný s příkladem 1, suroviny, hlavní technologické údaje a výtěžek jsou v následující tabulce:

Příklad	Nitrolátka	Teplota (°C)	Doba reakce (h.)	Spotřeba hydrazinhydrátu 80 % v (g) t. q.	Výtěžek (% th.)
2.	m-nitrotoluen	105	5	110	92
3.	p-nitrotoluen	120	5	120	91
4.	p-nitrofenetol	110	5	110	91
5.	3-nitro-4-krel-metyléter	105	5	110	89
6.	nitro-p-xylen	120	5	120	91

Způsob redukce aromatických nitrolátek obecného vzorce I,



kde X značí jeden ze substituentů metyl, etyl, metoxy nebo etoxy, a dále obecného vzorce II,



kde X a Y značí substituent metyl nebo metoxy, hydrazinhydrátem za katalýzy Raney niklem, železem nebo mědí, vyznačující se tím, že se redukce provádí v tavenině výchozí nitrolátky při teplotě 100 až 120 °C, s výhodou při 105 až 110 °C.