



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

246956

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 13 04 70
(21) PV 2440-70

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 87/52

C 07 C 87/60

(45) Vydáno 15 10 87

(75)

Autor vynálezu

VYSKOČIL FRANTIŠEK ing. CSc., DOLEŽAL JOSEF ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 2-kyan-4-nitroanilinu

Způsob přípravy 2-kyan-4-nitroanilinu tlakovou aminací 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu, který spočívá v tom, že se na 2-chlor-5-nitrobenzonitril působí vodným roztokem amoniaku o koncentraci 25 až 45 %, při teplotě 98 až 110 °C, a vzniklý 2-kyan-4-nitroanilin, který se po ochlazení na 25 až 35 °C vyloučí, se z reakční směsi oddělí. Vyráběná sloučenina se používá jako aktivní komponenta disperzních barviv.

Vynález se týká způsobu přípravy 2-kyan-4-nitroanilinu tlakovou aminací 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu.

Ve velkém množství nejnovějších disperzních barviv hlavně červených odstínů (CI. Disp. red. 72,73,90,134) se vyskytuje jako aktivní komponenta 2-kyan-4-nitroanilin. Jeho příprava je obecně známá. Vychází se při ní z o-chlorbenzonitrilu, který se nitrací ve velkém přebytku koncentrované kyseliny dusičné převede na 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu a ten tlakovou aminací etanolickým amoniakem na 2-kyan-4-nitroanilin.

Takto připravený 2-kyan-4-nitroanilin obsahuje vedle značných nečistot, procházejících ze Sandmayerovy reakce při přípravě O-chlorbenzonitrilu značné množství 2-karbamido-4-nitroanilinu. Ten pochází z částečně hydrolyzované nitrilové skupiny. Tento meziprodukt potom znečišťuje výsledná barviva.

Jak bylo dokázáno experimentálně, barviva z 2-karbamido-4-nitroanilinu mají též malou vydatnost a tím se snižuje celková vydatnost připravených disperzních azobarviv.

Nyní byly nalezeny reakční podmínky, při kterých je vznik 2-karbamido-4-nitroanilinu při přípravě 2-kyan-4-nitroanilinu potlačen na minimum. Tím se vedle větší čistoty připravených azobarviv dosáhne i jejich větší vydatnosti. Oproti údajům uvedeným v literatuře jsme našli, že uváděná teplota 150 °C při aminaci je příliš vysoká a rovněž reakční doba je příliš dlouhá. Jako první reakce probíhá tlaková aminace a ihned nato nastává v reakčním prostředí hydrolyza nitrilové skupiny na karbamidickou. Snížením reakční teploty, zkrácením reakční doby a zvýšením koncentrace amoniaku se nyní podařilo potlačit následnou reakci aminace a její produkty. Snížení teploty, zkrácení reakční doby přispívá k ekonomii výroby a vede zároveň k lepším produktům.

Způsob přípravy 2-kyan-4-nitroanilinu tlakovou aminací 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu spočívá podle vynálezu v tom, že se na 2-chlor-5-nitrobenzonitril působí vodným roztokem amoniaku o koncentraci 25 % až 45 % při teplotě 98 až 110 °C a vzniklý 2-kyan-4-nitroanilin, který se po ochlazení na 25 až 35 °C vyloučí, se z reakční směsi oddělí. V dalším uvedené díly značí díly hmotnostní.

P ř í k l a d 1

13,8 dílů o-chlorbenzonitrilu (t. tuhnutí 43 až 43,5 °C, t.v. 232 °C připravený amoxidací o-chlortoluenu) se rozpustí ve 146 dílech 98% H_2SO_4 při teplotě 0 až 10 °C a pak za stálého míchání a ochlazení se při této teplotě přidá během 30 minut 7,8 dílů 98% HNO_3 . Po vnesení HNO_3 se reakční směs míchá 1 hodinu při teplotě 0 až 10 °C a pak se zvolna naleje na 500 dílů jemně drceného ledu. Vyloučený 2-chlor-5-nitrobenzonitril se odsaje a promyje cca 500 díly vody do neutrální reakce na kongočerveně. Odsátý a promytý produkt se suší 4 hod. při 60 až 70 °C. Výtěžek 17,47 dílů, tj. 95,7 % teorie 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu o t.t. 102 až 105 °C.

45 dílů takto připraveného 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu se předloží do železného autoklávu se 143 díly 30% vodného amoniaku. Obsah autoklávu se za míchání vyhřeje na reakční teplotu 110 °C (1,078 MPa) a tato teplota se udržuje během celé reakce. Poté se ochladí za míchání na teplotu 25 °C a vyloučený produkt se odsaje a promyje cca 600 díly vody. Výtěžek 38 dílů, tj. 94,5 % teorie surového 2-kyan-4-nitroanilinu o t.t. 182 až 199 °C. Obsah stanovený polarografickou analýzou je 98,8 %.

P ř í k l a d 2

Do železného autoklávu se předloží 37 dílů 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu a 77 dílů 45% vodného amoniaku. Obsah autoklávu se za míchání vyhřeje na reakční teplotu 110 °C (1,17 MPa) a tato teplota se udržuje během celé reakce. Poté se ochladí za míchání

na teplotu 25 až 30 °C a vyloučený produkt se odsaje a promyje cca 600 díly vody. Výtěžek 31 dílů, tj. 93,7 % teorie 2-kyan-4-nitroamilinu o t.t. 203 až 210 °C obsahujícího pouze stopy 2-amino-5-nitrobenzamidů.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy 2-kyan-4-nitroamilinu tlakovou aminací 2-chlor-5-nitrobenzonitrilu, vyznačený tím, že se na 2-chlor-5-nitrobenzonitril působí vodným roztokem amoniaku o koncentraci 25 % až 45 %, při teplotě 98 až 110 °C, a vzniklý 2-kyan-4-nitroamilin, který se po ochlazení na 25 až 35 °C vyloučí, se z reakční směsi oddělí.

Opravy ve vytištěných popisech vynálezů

Ve vytištěném popisu vynálezu k autorskému osvědčení č. 246 956
je chybné číslo PV.

Správně (21) PV 2442-70

Tisk

Galina
L XII. 1988