



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240709

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 19 07 84

(21) (PV 5554-84)

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 15 08 87

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 79/10
C 07 C 79/12

(75)

Autor vynálezu

KONEČNÝ LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob čištění 4-chlor-2-nitrotoluenu

1

2

Způsob čištění 4-chlor-2-nitrotoluenu na minimálně 96 % hmotnostní obsah vyčištěné sloučeniny v produktu od průvodních sloučenin vzniklých nitrací 4-chlortoluenu. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se ta-venina surového produktu ochladí na teplotu 15 až 30 °C, po teplotní výdrži 0,5 až 20 hodin se pomalu vyhřeje na 34 až 38 °C a při této teplotě se udržuje po dobu 3 až 30 hodin. Kapalně odtékající podíly se jímají. Zbývající krystalická hmota 4-chlor-2-nitrotoluenu se roztaví vyhřátím na 38 až 95 °C.

Vyčištěná látka je polotovarem pro výrobu organických pigmentů.

Vynález se týká způsobu výroby 4-chlor-2-nitrotoluenu, používaného k výrobě 2-amino-4-chlortoluenu, který je polotovarem pro výrobu organických pigmentů.

Dosud známým způsobem výroby 4-chlor-2-nitrotoluenu je diazotace 2-nitro-4-toluidinu, rozklad diaza reakcí s chloridem mědným v prostředí kyseliny chlorovodíkové a rafinace surového produktu parovodní destilací nebo několikanásobnou rekrystalizací z rozpouštědla. Je možné také surový produkt vyprat vodou, roztavit a granulovat. Při přípravě 4-chlor-2-nitrotoluenu nitrací 4-chlortoluenu se surový produkt dělí frakční destilací a vypocováním v teplotním rozmezí 0 až 24 °C nebo 3 až 34 °C. Dosud známé a popsané způsoby rafinace surového produktu mají některé nevýhody, která u parovodní destilace spočívají především ve vysoké spotřebě páry a vody a poměrně značném odpadu produktu v odpadní vodě. Nevýhodou frakční destilace je opět vysoká spotřeba páry a chladicí vody a kromě toho i nebezpečí exploze destilačního zbytku. Rekrystalizace z rozpouštědla vyžaduje manipulaci s organickými rozpouštědly a jejich regeneraci. Zmíněný způsob vypocování je málo účinný, neboť v důsledku nevhodného teplotního režimu je přečištěný produkt nízké kvality.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění 4-chlor-2-nitrotoluenu na minimálně 96 % hmotnostní obsah vyčištěné sloučeniny v produktu od nečistot, vzniklých nitrací 4-chlortoluenu způsobem podle tohoto vynálezu. Podstata spočívá v tom, že se tavenina surového 4-chlor-2-nitrotoluenu během 2 až 20 hodin ochladí z teploty 20 °C až 60 °C na teplotu 15 °C až 30 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až 20 hodin, pak se během 5 až 50 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 34 °C až 38 °C, při které se ponechá po dobu 3 až 30 hodin, přičemž kapalná podíla odtékají z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí 15 °C až 30 °C do 34 °C a 38 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 4-chlor-2-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 38 °C až 95 °C.

Způsobem podle vynálezu se postupuje tak, že tavenina surového 4-chlor-2-nitrotoluenu, získaného diazotací 2-nitro-4-toluidinu a rozkladem pomocí Cu_2Cl_2 , eventuálně zpracovaného vakuovou nebo parovodní destilací, se během 2 až 20 hodin ochladí z teploty 20 °C až 60 °C na teplotu 15 °C až 30 °C a při této teplotě se pak ponechá vzniklá krystalická hmota po dobu 0,5 až 20 hodin. Od počátku nebo od konce této teplotní výdrže se počne jímát první frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické hmoty. Po ukončení teplotní výdrže se krystalická masa začne rovnoměrně vyhřívat během 5 až 50 hodin až do dosažení teploty 34 °C až 38 °C a při této teplotě se pak ponechá v teplotní výdrži po dobu 3 až 30

hodin. První frakce kapalných podílů, vytékajících z krystalické masy, se odebírá až do dosažení teploty 15 °C až 30 °C. Tato frakce obsahuje největší množství nečistot a může být zpracována dále vakuovou nebo parovodní destilací nebo krystalizací z taveniny. Druhá frakce kapalných podílů se odebírá po dosažení teploty 15 °C až 30 °C a odběr se ukončuje současně s ukončením teplotní výdrže při teplotě 34 °C až 38 °C. Druhá frakce se svým složením přibližuje kvalitě surového 4-chlor-2-nitrotoluenu a je recyklována do procesu krystalizace z taveniny a frakčního vytavování. Po ukončení teplotní výdrže při teplotě 34 °C až 38 °C se zbylý krystalický skelet rafinovaného 4-chlor-2-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 38 °C až 95 °C. Odtok kapalných frakcí ze zpracovávané krystalické hmoty gravitací může být urychlen vytvořením nižšího tlaku v předloze, do níž jsou kapalná frakce jímány.

Použití nízkoteplotní techniky krystalizace z taveniny a frakčního vytavování pro rafinaci 4-chlor-2-nitrotoluenu umožňuje podstatné snížení energetických nákladů v porovnání s vakuovou nebo parovodní destilací. Nízké provozní teploty rovněž eliminují autokatalytický termický rozklad produktu a nečistot, ke kterému dochází v průběhu destilace. Tím je zaručena vyšší bezpečnost procesu a vyšší výtěžnost produktu ve srovnání s destilací.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

Do plášťované skleněné trubice o vnitřním průměru 25 mm a délce 800 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené kovovým sítkem a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplotnosným médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 215 g surového 4-chlor-2-nitrotoluenu o obsahu 94,7 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu a 0,5 procent hmotnostních 2-nitrotoluenu a 4,8 procent hmotnostních dvanácti dalších neidentifikovaných organických látek. Surový 4-chlor-2-nitrotoluen byl vytemperován na teplotu 34 °C a pak během 5 hodin ochlazen na teplotu 26,5 °C a na této teplotě udržován po dobu 2 hodin. Po 1 hodině od počátku této teplotní výdrže byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátk a byl započat odběr I. frakce. Po ukončení dvouhodinové teplotní výdrže bylo započato s rovnoměrným vyhřívem obsahu vnitřní trubice z teploty 26,5 °C na teplotu 37 °C, který trval po dobu 18 hodin. Při teplotě 29,5 °C byl ukončen odběr I. frakce a bylo započato s odběrem II. frakce, který trval až do dosažení teploty 36 °C, kdy započal odběr III. frakce, který trval až do ukončení šestihodinové teplotní výdrže při

teplotě 37 °C. Po ukončení této finální teplotní výdrže byl ukončen odběr III. frakce uzavřením spodní části trubice pryžovou zátkou. Pak byl zbývající krystalický skelet IV. frakce v trubici roztaven vyhřátím na teplotu 50 °C.

Bylo získáno 51,5 g I. frakce o obsahu 82,81 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu, 63,5 g II. frakce o obsahu 96,55 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu, o složení 99,8 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu, 0,05 % hmotnostních 2-nitrotoluenu a 0,15 procent hmotnostních dvou neidentifikovaných organických látek, a 52 g IV. frakce o složení 99,9 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu a 0,1 % hmotnostních dvou neidentifikovaných organických látek.

Příklad 2

Do plášťované skleněné trubice o vnitřním průměru 25 mm a délce 800 mm, vertikálně situované, ve spodní části opatřené kovovým sítkem a pryžovou zátkou, v horní části opatřené teploměrem, programově temperované teplotním médiem cirkulujícím v plášti, bylo nadávkováno 115 g surového 4-chlor-2-nitrotoluenu o složení 91,68 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotolue-

nu, 1,04 % hmotnostních 2-nitrotoluenu a 7,28 % hmotnostních dalších dvanácti neidentifikovaných organických látek. Surový 4-chlor-2-nitrotoluen byl vytemperován na teplotu 30 °C a pak během 4 hodin udržován po dobu 0,5 hodiny. Současně s ukončením této teplotní výdrže byla ze spodní části trubice odstraněna pryžová zátká, čímž byl započat odběr I. frakce, a bylo započato s rovnoměrným výhřevem obsahu vnitřní trubice z teploty 18 °C na teplotu 34 °C, který trval po dobu 17 hodin. Při teplotě 29 °C byl ukončen odběr I. frakce a bylo začato s odběrem II. frakce, který trval až do ukončení teplotní výdrže při 34 °C. Po ukončení této teplotní výdrže při 34 °C byla uzavřena spodní část trubice pryžovou zátkou a zbývající krystalický skelet III. frakce v trubici byl roztaven vyhřátím na teplotu 45 °C.

Bylo získáno 30,3 g I. frakce o obsahu 85 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu, 51,6 g II. frakce o obsahu 91,85 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu a 33,1 g III. frakce o složení 97,53 % hmotnostních 4-chlor-2-nitrotoluenu, 0,2 % hmotnostních 2-nitrotoluenu a 2,27 % hmotnostních šesti neidentifikovaných organických látek.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění 4-chlor-2-nitrotoluenu na minimálně 96 % hmotnostní obsah vyčištěné sloučeniny v produktu, od průvodních sloučenin vzniklých nitrací 4-chlortoluenu, teplotně řízeným odstraňováním průvodních sloučenin vyznačujících se tím, že tavenina surového 4-chlor-2-nitrotoluenu se během 2 až 20 hodin ochladí z teploty 20 °C až 60 °C na teplotu 15 °C až 30 °C, krystalická hmota se ponechá na této teplotě po dobu 0,5 až

50 hodin rovnoměrně vyhřeje na teplotu 34° C až 38 °C, při které se ponechá po dobu 3 až 30 hodin, přičemž kapalně podíly odtékající z krystalické hmoty působením gravitace a/nebo tlakového spádu v teplotním rozmezí od 15 °C až 30 °C do 34 °C až 38 °C se jímají, načež se zbývající krystalická hmota 4-chlor-2-nitrotoluenu roztaví vyhřátím na teplotu 38 C až 95 °C.