



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240 877

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 17 05 84

(21) PV 3659-84

(51) Int. Cl.³

C 07 C 79/32

(40) Zveřejněno 16 07 85

(45) Vydáno 01 01 88

(75)
Autor vynálezu

SMETANA BOHUSLAV, PARDUBICE;
POZDĚNA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy 2,4-dichlor-6-nitrofenolu

Způsob přípravy 2,4-dichlor-6-nitrofenolu chlorací kyseliny 4-chlor-2-nitrofenol-6-sulfonové. Produkt slouží jako polotovar pro výrobu oxiklozamidů - anti-helminthika pro ovce. Podstatou vynálezu je chlorace kyseliny 4-chlor-2-nitrofenol-6-sulfonové působením chlornanu alkalického kovu například sodného o koncentraci 10 až 18 % hmot. v množství 100 až 110 % teorie.

Vynález se týká způsobu přípravy 2,4-dichlor-6-nitrofenolu chlorací kyseliny 4-chlor-2-nitrofenol- 6-sulfonové, která slouží jako polotovar pro přípravu oxiklozanidu.

Dosud známý a používaný je způsob chlorace plynným chlorem. Vodná pasta výchozí sulfokyseliny se vnese do 20 % kyseliny sírové a při 40 °C se provádí vlastní chlorace vháněním plynného chloru pod hladinu po dobu 1 až 20 hodin. Plynný chlor je ve velkém přebytku (700 až 1100 % theorie) a tento přebytek musí být zachycován velmi výkonnou absorpční soustavou kolon. Absorpční roztok nemá použití, vznikající chlornan sodný je nutno redukovat siřičitanem sodným, takže absorpční roztok vypouštěných odpadních vod obsahuje velké množství solí. Další nevýhodou je riziková práce se sudy plynného chloru, potřeba hermeticky uzavřené aparatury.

Nevýhody chlorace plynným chlorem odstraňuje způsob přípravy 2,4-dichlor-6-nitrofenolu chlorací 4-chlor-2-nitrofenol-6-sulfokyseliny podle tohoto vynálezu jehož podstata spočívá v tom, že se chlorace provádí působením chlornanu alkalického kovu např. sodného o koncentraci 10 až 18 % hmotnostních v množství 100 až 110 % theorie.

Výhodou způsobu dle vynálezu je odstranění obtížné a rizikové práce s plynným chlorem, odstranění exhalací, jednodušší aparatura (možnost otevřené aparatury), zvýšení produktivity práce. Množství vypouštěných odpadních vod a jejich znečištění se způsobem výroby podle vynálezu zmenší.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

Příklad 1

240 877

(uváděné díly jsou díly hmotnostní)

Do reakční nádoby se předloží 200 dílů vody, 100 dílů 2 -nitrofenol-4-chlor-6-sulfokyseliny (m.v. 253,6) a 175 dílů 35 % kyseliny chlorovodíkové. Po promíchání se přidá 125 dílů vody a za míchání se přikape pod hladinu 47 dílů vodného roztoku chlornanu sodného o koncentraci 11,81 %. Dávkování se provádí při teplotě 10 až 40 °C po dobu 20 hodin. Po této době se volný chlor zruší přídavkem 2 až 3 dílů pyrosiřičitanu sodného. Po 1 hodině míchání se produkt nechá usadit. Čirá kapalina nad produktem se oddělí a k produktu se přidá voda o teplotě 30 až 40 °C. Produkt se filtruje a promývá vodou o teplotě 30 až 40 °C do neutrální reakce. Filtrační koláč se na nučí promyje etanolem a opět vodou. Po usušení se rozmíchá 30 dílů produktu ve 40 dílech etanolu při teplotě 30 až 40 °C, pak se provede filtrace a sušení. Výtěžek činí 70 % theorie, b. t. získaného 2,4-dichlor-6-nitrofenolu je 120 °C.

Příklad 2

Do reakční nádoby se předloží 200 dílů vody, 100 dílů 2 -nitrofenol-4-chlor-6-sulfokyseliny a 180 dílů 50 % kyseliny sírové. Po promíchání se přidá dalších 125 dílů vody. Další postup je shodný s postupem uvedeným v příkladu 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

240 877

Způsob přípravy 2,4-dichlor-6-nitrofenolu chlorací 2 -nitrofenol-4-chlor-6-sulfokyseliny při teplotách do 50 °C, vyznačující se tím, že se chlorace provádí působením vodného roztoku chlornanu sodného o koncentraci 10 až 18 % hmotnostních v množství 100 až 110 % theorie.