

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

260448

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 87/52

(22) Přihlášeno 15 04 87

(21) (PV 2664-87.R)

(40) Zveřejněno 15 04 88

(45) Vydáno 15 04 89

(75)

Autor vynálezu

ADÁMEK MILAN ing. CSc., KOŘÍNEK JOSEF ing. CSc., PARDUBICE,
ELIÁŠEK LUBOMÍR, BRNO

(54) Způsob přípravy 4-jodanilínu

1

Způsob přípravy 4-jodanilínu reakcí anilínu s jodem v alkalickém prostředí probíhá tak, že se surový 4-jodanilín po vyloučení z vodného prostředí čistí krystalizací z roztoku v alifatickém uhlovodíku s šesti až jedenácti atomy uhlíku a s normálním a/ nebo rozvětveným řetězcem nebo z jejich směsi s olefiny a nearomáty, jak jsou obsaženy v rafinátu. Do roztoku 4-jodanilínu v uhlovodíku nebo v rafinátu se přidá 1 až 10 obj. % indanu nebo jiné látky, která 4-jodanilín dobře rozpouští.

2

Vynález se týká způsobu přípravy 4-jodanilínu.

Způsob přípravy 4-jodanilínu z anilínu účinkem jodu je v literatuře popsán. Nevýhodou tohoto způsobu izolace je vyloučení produktu v nedostatečné čistotě, často v olejovité formě. Pro získání čistého produktu je nutná několikrát opakovaná krystalizace.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy 4-jodanilínu, reakcí anilínu s jodem v alkalickém prostředí, podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že se surový 4-jodanilín po vyloučení z vodného prostředí čistí krystalizací z roztoku v alifatickém uhlovodíku s šesti až jedenácti atomy uhlíku a s normálním a/nebo rozvětveným řetězcem nebo z jejich směsi s olefiny a nearomáty jak jsou obsaženy v rafinátu. Dále je možné, aby se do roztoku 4-jodanilínu v

uhlovodíku nebo v rafinátu přidalo 1 až 10 obj. % indanu nebo jiné látky, která 4-jodanilín dobře rozpouští.

Výhody způsobu podle vynálezu spočívají ve vyloučení produktu v dostatečné čistotě a v rychlosti a jednoduchosti provádění způsobu.

Vynález a jeho účinky jsou blíže vysvětleny v popise 2 příkladů provádění způsobu přípravy 4-jodanilínu podle vynálezu.

Podle vynálezu bylo nyní zjištěno, že pro získání čistého produktu je postačující jedna až dvě krystalizace z alifatických uhlovodíků, například n-hexanu, nebo z rafinátu, což je směs alifatických uhlovodíků, a to jak normálních (cca 22%), tak rozvětvených (cca 65%), s příměsí olefinů (cca 1,5- až 2,5%) a nearomátů (cca 1%). Rafinát je zbytek po extrakci aromátů. Složení rafinátu je následující:

	hmot. %	mol. %
2-methylhexan	0,099	0,11
2,3-dimethylpentan	0,099	0,11
3-methylhexan	0,198	0,23
trans-1,3-DMCP	0,099	0,12
n-heptan	7,34	8,42
cis-1,2-DMCP	1,19	1,39
methylcyklohexan	0,39	0,46
2,5-dimethylhexan	2,38	2,39
2,4-dimethylhexan	4,96	4,99
1,2,4-TMPC	0,20	0,20
olefiny	1,78	1,83
3,3-dimethylhexan	0,099	0,10
toluen	0,099	0,12
1,2,3-TMCP	0,39	0,40
2,3,3-TMCP	0,19	0,20
2,3-dimethylhexan	3,97	3,99
2-methylheptan	10,81	10,88
4-methylpentan	5,75	5,79
3,4-dimethylhexan	1,88	1,89
3-methylheptan	18,25	18,37
n-oktan	12,40	12,48
dimethylcyklohexan	8,32	8,53
ethylbenzen	0,099	0,11
isononan	14,28	12,80
p-xylen	0,099	0,11
o-xylen	0,099	0,11
n-nonan	1,98	1,78
isodekan	1,88	1,52
n-propylbenzen	0,099	0,095
m+p-etyltoluen	0,099	0,095
1,2,4-TMB	0,099	0,095
n-dekan	0,099	0,080
iso-C ₁₁	0,198	0,146
střední molekulová hmotnost		114,957
celkové		
n-parafiny	21,8254	22,7616
iso-parafiny	64,881	63,353
olefiny	1,78571	1,82946
nearomáty	10,8135	11,3252
C ₅	2,08333	2,32312
C ₆	8,73016	9,00211
aromáty	0,694444	0,73073

Dále bylo zjištěno, že přídavek některých sloučenin, které p-jodanilín dobře rozpouštějí, zvyšují výtěžek krystalizace jako například indan. Ve směsi s rafinátem nebo benzinem v množství 1 až 10 obj. % kladně ovlivňuje krystalizace. Surový p-jodanilín se rozpustí za horka v uvedeném rozpouštědle, eventuálně za přídavku adsorbentu, například karborafinu, bentonitu a podobně, a po ochlazení vypadává 4-jodanilín v krystalické formě.

Příklad 1

Do reakční nádoby se vneslo 220 hmot. dílů, tedy 2,36 molu anilínu, 300 hmot. dílů, tedy 3,6 molu hydrogenuhlíkatu sodného a 2 000 hmot. dílů vody a směs se ochladí na 12 až 15 °C, eventuálně přídavkem ledu do reakční směsi. Za intenzivního míchání se přidalo 500 hmot. dílů, tedy 1,96 molu jodu, jemně rozetřeného. Přidávání jodu se dělo postupně v intervalech 2 až 3 minut tak, aby se veškerý jod přidal během 30 minut. Po přídavku veškerého jodu se ještě 1 hodinu směs míchala. Po této době se reakce ukončila a barva volného jodu prakticky zmizela. Surový 4-jodanilín, který se oddělil jako krystalická kaše, se odsál a u-

sušil. Filtrát se uschoval pro regeneraci jodu. Výtěžek surového produktu 432 hmot. dílů.

Pro čištění 4-jodanilínu se surový produkt vnesl do reakční nádoby s 2 000 hmot. díly rafinátu. Obsah se zahříval pod zpětným chladičem na 75 až 80 °C. Po promíchání roztoku během 30 minut došlo k nasycení. Roztok se převedl, eventuálně po filtraci, za míchání do reakční nádoby chlazené v laboratorních podmínkách ledem a solí. 4-jodanilín vykryštoval v bezbarvých jehlicích. Nerozpuštěný podíl z první krystalizace se podrobil 2., popřípadě 3. extrakci. Při šaržovité extrakci je první podíl 4-jodanilínu bezbarvý, pro druhou a třetí extrakci je vhodné použít přídavek karborafinu nebo bentonitu. Výtěžek krystalizace: 70 %.

Příklad 2

Postup přípravy surového 4-jodanilínu byl stejný jako v příkladě 1. Krystalizace byla provedena ze 2 000 hmotn. dílů technického benzínu, do kterého byly přidány 3 % indanu. Další postup byl stejný jako v příkladě 1. Výtěžek krystalizace: 75 %.

Způsob přípravy 4-jodanilínu podle vynálezu je využitelný v chemickém průmyslu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy 4-jodanilínu reakcí anilínu s jodem v alkalickém prostředí, vyznačující se tím, že se surový 4-jodanilín po vyloučení z vodného prostředí čistí krystalizací z roztoku v alifatickém uhlovodíku s šesti až jedenácti atomy uhlíku a s normálním a/nebo rozvětveným řetězcem nebo

z jejich směsi s olefiny a nearomáty, jak jsou obsaženy v rafinátu.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že do roztoku 4-jodanilínu v uhlovodíku nebo v rafinátu, se přidá 1 až 10 obj. % indanu nebo jiné látky, která 4-jodanilín rozpouští.