



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 645

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 27 12 79
(21) PV 9364-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 143/58

(40) Zveřejněno 31 10 80
(45) Vydáno 01 12 83

(75)
Autor vynálezu

PAŠTÁLKA KAREL ing., CHRUDIM a SCHERKS JAN, PARDUBICE

(54)

Způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu

1

Vynález se týká způsobu výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu, který slouží jako polotovár při výrobě organických barviv.

Dosud běžný způsob výroby vychází z 4-nitrotoluenu ve třech reakčních stupních. V prvním stupni reaguje 4-nitrotoluen s kyselinou chlorsulfonovou na 4-nitrotoluen-2-sulfochlorid, na který se v druhém stupni působí N-etylanilinem za vzniku 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu, který se nakonec ve třetím stupni redukuje na konečný 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilid.

Poslední reakční stupeň, redukce nitrolátky na amin, se v praxi provádí jedním z následujících způsobů. Buď redukcí vodíkem v prostředí organického rozpouštědla, nebo Béchampovskou redukcí v prostředí alkoholu, anebo Béchampovskou redukcí v prostředí vodně toluenovým. Všechny tři redukční postupy mají společnou nevýhodu v přítomnosti organických rozpouštědel, což představuje specifické nároky na výrobní aparaturu, určitá provozní rizika i zvýšené výrobní náklady.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby 4-amino-toluen-2-sulfo-N-etyl anilidu podle vynálezu, jehož podstatou je, že redukce 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu je prováděna vodním roztokem hydrázinhydrátu o koncentraci 20 až 100 % hmotnostních, s výhodou z hlediska manipulace a energetických nároků 80 % hmotnostních, v tavenině výchozí nitro-

208 845

látky při teplotě 100 až 120 °C, s výhodou při 105 °C, za katalýzy práškovým železem nebo pouze železnými stěnami s míchadlem reakční nádoby. Redukcí vodným roztokem hydrazinhydrátu v tavenině výchozí nitrolátky odstraníme nutnost použití organických rozpouštědel, které znamenají vždy speciální nároky na výrobní aparaturu a významně snižují bezpečnost a hygienu práce. Postupem podle vynálezu se rovněž dosáhne vyšších výtěžků a tedy i nižších výrobních nákladů při dosažení lepších kvalitativních ukazatelů polotovaru, které se projeví v následující syntéze barviv.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení, v nichž uváděná % jsou hmotnostní.

Příklad 1

80 g 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu se roztaví, oddestiluje voda a teplota taveniny se ustálí na 105 °C. Po přidání 2 g práškového železa se za míchání a udržování teploty 100 až 120 °C během 8 hodin dává zvolna po kapkách celkem 250 g vodného roztoku hydrazinhydrátu o koncentraci 20 %. Tavenina je ještě 4 hodiny udržována při teplotě 105 °C, než je chromatograficky prokázán konec redukce. Reakční směs se spustí do 500 g 4,5 % roztoku kyseliny chlorovodíkové, zkleruje se 5 g karborafinu a neutralizuje čpavkovou vodou. Získá se velmi čistý amin s výtěžkem 85 až 88 % teorie.

Příklad 2

Do železného reduktoru o objemu 1 litr vybaveného železným míchadlem, teploměrem a sestupným chladičem se vnese 160 g 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu, roztaví se při 80 °C, zapne se míchadlo a teplota taveniny se ustálí na 105 °C po oddestilování přítomné vody. Po dobu 6 hodin se potom dává celkem 50 g 80 %ního hydrazinhydrátu a dalších 6 hodin je ještě tavenina udržována při 105 °C, než je chromatograficky prokázán konec redukce. Další zpracování je jako v příkladu č. 1. Výtěžek 87 až 90 % teorie.

Příklad 3

Postup z příkladu 1 je modifikován použitím 25,5 g hydrazinhydrátu o koncentraci 80 %; doba dávkování: 1 hodina, celková doba reakce: 2,5 hodiny. Výtěžek reakce: 95 % teorie.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 4-aminotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu redukcí 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilidu vznikajícího kondenzací 4-nitrotoluenu s kyselinou chlorsulfonovou a N-etylanilinem vyznačující se tím, že 4-nitrotoluen-2-sulfo-N-etylanilid se redukuje vodným roztokem hydrazinhydrátu o koncentraci 20 až 100 % hmotnostních, s výhodou 80 % hmotnostních, v tavenině výchozí nitrolátky při teplotě 100 až 120 °C, s výhodou při 105 °C, za katalytického působení železa.