



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 15 03 82

(21) PV 1780 - 82

(61) Autorské osvědčení je závislé na
patentu č. 119 362

(40) Zveřejněno 27 05 83

(45) Vydáno 01 11 84

224 813

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 87/60

(75)

Autor vynálezu

SVOBODA ZDENĚK ing.,

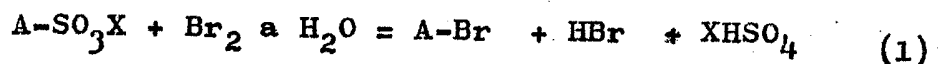
BEBJAKOVÁ HANA, ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob výroby dinitrobromanilinů

Vynález se týká způsobu výroby dinitrobromanilinů podle čs. patentu č. 119 362.

Podle čs. patentu č. 119 362 se dají dinitrobromaniliny, jmenovitě 2,4-dinitro-6-bromanilin a 2,6-dinitro-4-bromanilin s výhodou připravit substituční bromací příslušných sulfokyselin nebo jejich solí, jmenovitě 2,4-dinitroanilin-6-sulfokyseliny a 2,6-dinitroanilin-4-sulfokyseliny. Reakce probíhá podle rovnice:



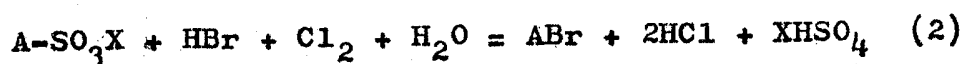
kde A je příslušný dinitroanilinový aryl a X je vodík, kov nebo amiová skupina. Tento postup má proti dosavadním způsobům, vycházejícím z příslušných dinitroanilinů, tu výhodu, že jej není třeba provádět v rozpouštědle, jako je např. horká kyselina octová, ale ve vodném prostředí, přičemž v tomto prostředí není třeba vycházet ze vzláště jemně mletého dinitroanilinu a výsledný produkt nevyžaduje další čištění.

Při bromaci, prováděné postupem podle výše uvedeného vynálezu, vstupuje do aromatického jádra pouze polovina teoreticky potřebného množství bromu, druhá polovina zůstává nevyužita a odpadá ve formě bromovodíku. Po izolaci vzniklého dinitrobromanilinu je možné brom z bromovodíku, obsaženého v matečných loužích, regenerovat některým ze známých postupů, tento způsob však vyžaduje náklady na vybudování a provozování regeneračního zařízení.

Nyní bylo nalezeno, že výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby dinitrobromanilinů podle tohoto vynálezu, závislém na čs. patentu č. 119 362, substituční bromací příslušných

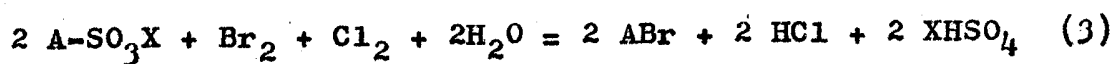
dinitroanilinsulfokyselin nebo jejich solí. Tento způsob spočívá v tom, že se do reakční směsi uvádí brom v množství 50 až 90 %, s výhodou 50 až 55 %, stechiometrického množství bromu, vztaženo na dinitroanilinsulfokyselinu nebo její sůl, a přidává se chlor v látkovém množství rovném 100 až 120 % rozdílu látkových množství dinitroanilinsulfokyseliny nebo její soli a bromu. Použití většího množství chloru, než je výše uvedeno, je možné avšak není výhodné, neboť nezreagovaný chlor by bylo nutno z reakční směsi odstraňovat.

Způsob podle vynálezu zlepšuje postup uvedený v čs. patentu č. 119 362 tím, že se k bromaci použije menší množství bromu, přičemž část dosud používaného bromu je nahrazena podstatně menším množstvím lacinějšího a dostupnějšího chloru, který vstupuje do reakce s dosud nezreagovanou dinitroanilinsulfokyselinou nebo její solí podle rovnice:



kde A a X mají stejný význam jako v rovnici (1).

Sečtením rovnic (1) a (2) dostaneme rovnici, sumárně vyjadřující způsob přípravy dinitrobromanilinů podle tohoto vynálezu.



Při provádění bromace podle tohoto způsobu není samozřejmě nutné budovat regenerační zařízení na získávání bromu z odpadajícího bromovodíku.

Příklad 1

Do 280 kg 2,4-dinitroanilin-6-sulfokyseliny ve formě vodné pasty její sodné soli v 1 800 litrech vody se při 70 až 75 °C pomalu nadávkuje 89 kg kapalného bromu. Potom se při téže teplotě do reakční směsi pomalu uvede 38 kg chloru. Obsah reaktoru se míchá do zreagování veškeré sulfokyseliny, ochladí na 50 °C, zfiltruje, koláč se promyje teplou vodou a usuší. Získá se 260 kg 2,4-dinitro-6-bromanilinu ve formě kanárkově žlutého prášku a teplotou tání 153,5 až 155 °C (korigováno na sloupec rtuti).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

224 813

Způsob výroby dinitrobromanilinů substituční bromací příslušných dinitroanilinsulfokyselin nebo jejich solí, přičemž bromem substituovaná sulfokyselina, respektive její aniont, je v poloze orto nebo para k amino skupině a v poloze meta k oběma nitroskupinám, podle čs. patentu č. 119 362, vyznačený tím, že se do reakční směsi uvádí brom v množství 50 až 90 %, s výhodou 50 až 55 %, stechiometrického množství bromu, vztaženo na dinitroanilinsulfokyselinu nebo její sůl, a přidává se chlor v látkovém množství rovném 100 až 120 % rozdílu látkových množství dinitroanilinsulfokyseliny nebo její soli a bromu.