

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56576

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.VII.1966 (P 118 413)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. IV. 1969

Kl. 12 q, 1/02

MKP C 07 c 93/24

UKD

Współtwórcy wynalazku: Halina Marciniak, Ryszard Jerczyński, Tomasz Budzisz

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania N,N-dwuetanolo-m-N' — acetylofenylenodwuaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N,N-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuaminy przez działanie etylenochlorohydryny na m-acetylofenylenodwuaminę w obecności ługu sodowego lub potasowego.

N,N-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuamina stosowana jest jako składnik bierny do produkcji azowych barwników zawieszinowych do barwienia włókien poliestrowych. Sposób jej wytwarzania nie był dotychczas opisany w literaturze.

Istota wynalazku polega na etanolowaniu m-acetylofenylenodwuaminy przez wkraplanie 35—45-procentowego roztworu ługu sodowego lub potasowego do mieszaniny aminy i 35—55-procentowego wodnego roztworu etylenochlorohydryny w obecności chlorku sodowego. Chlorek sodowy dodaje się do mieszaniny m-acetylofenylenodwuaminy i wodnego roztworu etylenochlorohydryny w ilości 10—25% w stosunku do użytej aminy przed rozpoczęciem wkraplania ługu. Dodatek chlorku sodowego ma za zadanie eliminowanie strat tlenu etylenu, powstałego na skutek działania ługu sodowego na etylenochlorohydrynę, a jeszcze nie przereagowanego z aminą. Zapewnia uzyskanie bardzo dobrych wydajności i polepszenie warunków bezpieczeństwa procesu. Wkraplanie ługu prowadzi się w temperaturze 70—90°C, a następnie utrzymuje się mieszaninę reakcyjną w temperaturze wrzenia w ciągu 10—12 godzin.

Wytworzoną sposobem według wynalazku N,N-

2

-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuaminę wydziela się z mieszaniny reakcyjnej przez krystalizację i odsącza po oziębieniu zawiesiny do temperatury 15°C.

5 Stopień przereagowania m-acetylofenylenodwuaminy do N,N-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuaminy zbliżony jest w sposobie według wynalazku do teoretycznego, a wydajność wydzielonego gotowego produktu sięga 95%.

10 Przykład. Mieszaninę 300 części wagowych m-acetylofenylenodwuaminy, 362 części wagowych etylenochlorohydryny, 80 części wagowych chlorku sodowego i 300 części wagowych wody ogrzewa się do temperatury 70—85°C i wkrapla w tej temperaturze 450 części wagowych 40-procentowego roztworu ługu sodowego. Po wkropleniu ługu mieszaninę podgrzewa się do wrzenia i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 10—12 godzin. Masę reakcyjną oziębia się następnie do temperatury 15°C i od-
15
20 filtruje wydzielony osad N,N-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuaminy. Wydajność wynosi 95%.

Zastrzeżenie patentowe

25 Sposób wytwarzania N,N-dwuetanolo-m-N'-acetylofenylenodwuaminy na drodze reakcji etanolowania m-acetylofenylenodwuaminy etylenochlorohydryną w obecności ługu sodowego lub potasowego, **znamienny tym**, że do 35—55-procentowego
30 wodnego roztworu etylenochlorohydryny zawierają-

3

cego m-acetylofenylenodwuaminę i 10—25% chlorku sodowego w stosunku do etanolowanej aminy wkrapla się w temperaturze 70—90°C 35—45-pro-

4

centowy roztwór ługu sodowego lub potasowego, po czym utrzymuje się masę reakcyjną w temperaturze wrzenia w ciągu 10—12 godzin.