

1

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48 280

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22. II. 1963 (P 100 818)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15. V. 1964

Kl. 12 q 1/02

MKP C 07. c 111/00

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
ul. Chałubińskiego 1, Warszawa

Twórca wynalazku: inż. Eugeniusz Kucharski

Właściciel patentu: Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta”,
Zgierz (Polska)

Sposób wytwarzania 6-bromo-2-chloro-4-nitroaniliny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny, która stanowi cenny składnik do wytwarzania różnych barwników.

Znany jest sposób wytwarzania 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny z 6 - bromo - 4 - nitroaniliny przez chlorowanie chlorem gazowym w środowisku benzenu. Sposób ten wymaga stosowania suchego chloru i benzenu bezwodnego, co jest rzeczą dość kłopotliwą przy produkcji na skalę przemysłową. Poza tym chlorowanie gazowym chlorem również wymaga używania bardzo szczelnej aparatury.

Znany jest również sposób wytwarzania 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny przez nitrowanie stężonym kwasem azotowym w roztworze lodowatego kwasu octowego w temperaturze 100°C 4,6-dwubromo-2-chloroaniliny. Produkt wyjściowy jest drogi, a poza tym prowadzenie procesu nitrowania w podwyższonej temperaturze wymaga stosowania specjalnej aparatury z drogiego tworzywa antykorozyjnego.

Poza tym znany jest również sposób wytwarzania tego związku z 6 - bromo - 2 - chloro - 1,4 - dwunitrobenzenu przez jego traktowanie gazowym amoniakiem w roztworze alkoholowym w niskiej temperaturze. Produkt wyjściowy jest drogi i trudny do otrzymywania w skali technicznej.

Również jest znany ogólny sposób wytwarzania chlorowcopochodnych p-nitroaniliny przez jej chlo-

2

ro-

rowanie w położenie orto względem grupy aminowej jednym lub też dwoma różnymi chlorowcami w zawiesinie kwasu solnego. Przy wytwarzaniu tym sposobem 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny z paranitroaniliny, najpierw poddaje się ją chlorowaniu gazowym chlorem w zawiesinie lub roztworze kwasu solnego, przy czym otrzymuje się mieszaninę 2 - chloro - 4 - nitroaniliny z 2,6 - dwuchloro - 4 - nitroaniliną. Po wydzieleniu 2,6 - dwuchloro - 4 - nitroaniliny oczyszczoną 2 - chloro - 4 - nitroanilinę poddaje się bromowaniu w zawiesinie lub roztworze kwasu solnego, przy czym proces przebiega powoli i z małą wydajnością.

Stwierdzono, że otrzymuje się z dużą wydajnością 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroanilinę, jeżeli roztwór 2 - chloro - 4 - nitroaniliny w 40—50 % - owym kwasie siarkowym poddaje się bromowaniu w temperaturze 70—90°C. Proces bromowania przebiega łatwo i nie wymaga przy tym stosowania kosztownej aparatury, a produkt końcowy wyróżnia się dużą czystością.

Przykład. W reaktorze zawierającym 40% - owy kwas siarkowy, otrzymany z 390 ml 96% - owego kwasu siarkowego i 1 litra wody, rozpuszcza się 40,8 g 2-chloro - 4 - nitroaniliny podgrzewając roztwór do temperatury 80°C. Po uruchomieniu mieszadła wkrapla się w ciągu 3,5 godzin 53,5 g bromu, po czym roztwór miesza nadal w ciągu około 1,5 godziny aż do zaniku oparów bromu. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej wydziela się osad

wytworzonej 6 - bromo - 2 chloro - 4 - nitroaniliny, którą odsącza się, przemywa wodą i suszy.

Otrzymuje się 58 g produktu z wydajnością 97,5% wydajności teoretycznej. Temperatura topnienia wynosi 173—175°C, co świadczy o jego dużej czystości.

Barwniki wytworzone z użyciem 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny, wytworzonej sposobem według wynalazku, wyróżniają się dużą żywością barwy, co również świadczy o dużej czystości tego produktu. 10

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 6 - bromo - 2 - chloro - 4 - nitroaniliny przez bromowanie 2 - chloro - 4 - nitroaniliny bromem w środowisku kwaśnym, 5
znamienny tym, że proces bromowania 2 - chloro - 4 - nitroaniliny bromem przeprowadza się w roztworze 40—50 %-owego kwasu siarkowego w temperaturze 70—90°C.