



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

259448
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 15 12 86
(21) (PV 9326-86.Z)

(40) Zveřejněno 15 02 88

(45) Vydáno 15 03 89

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 143/58

(75)
Autor vynálezu

ŠLOSAR PETR ing., CHRUDIM, JONÁŠOVÁ HANA ing., HABROVEČ
u Chrudimi, VINDEMANOVÁ HELENA, URBÁNKOVÁ STANISLAVA,
PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny

1

Způsob přípravy 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny tak, že se 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonová kyselina převede na velmi jemnou vodnou suspenzi stechiometrickým množstvím vodného roztoku amoniaku za vzniku amonné soli, a po přidavku 0,1 až 0,25 % hmot. katalyzátoru, jímž je platina nebo paládium suspendované na aktivním uhlí, se do reakční směsi zavede vodík s přetlakem 1 až 2 MPa. Reakce se provádí při teplotě 50 až 120 °C. Efektní způsob přípravy s vysokým výtěžkem uvedeného mezi-produktu pro přípravu reaktivních barviv.

2

Vynález se týká způsobu přípravy 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny. 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonová kyselina je důležitý meziprodukt pro přípravu reaktivních barviv. Dosud je připravována Béchampovou redukcí 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonové kyseliny s výtěžkem cca 80 %.

Nyní bylo zjištěno, že je možno připravit 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonovou kyselinu hydrogenací na paládiovém nebo platinovém katalyzátoru s výtěžkem vyšším než-li 90 %.

Při vývoji pracovního postupu bylo ověřeno, že hydrogenace vodné, cca 20% suspenze 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonové kyseliny prakticky neprobíhá, neboť výchozí surovina i produkt jsou ve vodě špatně rozpustné. Proto bylo třeba navrhnout reakční podmínky tak, aby byl produkt v roztoku, čímž by se usnadnila izolace katalyzátoru klerací. 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonová kyselina je dobře rozpustná ve formě solí alkalických kovů, ale přidavek stechiometrického množství příslušné alkálie k suspenzi 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonové kyseliny ve vodě způsobuje značné zhoustnutí suspenze, neboť 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonová kyselina je ve formě solí alkalických kovů ještě méně rozpustná než-li volná kyselina. Vznik dobře vyvinutých krystalů 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonanu sodného nebo draselného neumožňuje vést reakci do vysokého stupně konverze, a proto je 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonová kyselina ve formě sodné nebo draselné soli pro tuto reakci nevhodná.

Způsob přípravy 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny spočívá podle vynálezu v tom, že se 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonová kyselina převede na velmi jemnou vodnou suspenzi stechiometrickým množstvím vodného roztoku amoniaku za vzniku amonné soli a po přidavku 0,1 až 0,25 % hmot.

katalyzátoru, kterými jsou platina nebo paládium suspendované na aktivním uhlí, se do reakční směsi zavede vodíková atmosféra s přetlakem 1 až 2 MPa. Reakce se provádí při teplotě 50 až 120 °C, s výhodou při 60 °C, po dobu 2 až 5 hodin. Po dokončené reakci, která je detekována konstantním tlakem vodíku v aparatuře, se kvalita produktu posuzuje tenkovrstvou chromatografií na silufolu v soustavě etylacetát : etanol : čpavek — 5 : 3 : 2, proti standardním roztokům výchozí suroviny a produktu. Po kleraci je možno 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonovou kyselinu izolovat filtrací po vykyselení roztoku kyselinou chlorovodíkovou na pH 3.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

65 g 89,83% pasty 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonové kyseliny se den před katalytickou hydrogenací suspenduje ve směsi 300 ml vody s 27 g 26% roztoku amoniaku. Druhého dne se k suspenzi v autoklávu přidají 2 g 48% pasty katalyzátoru Pt/C a po vypláchnutí autoklávu vodíkem se uvede vodík v přetlaku 2 MPa. Po vyhřátí na 60 °C se reakce provádí tak dlouho, pokud je indikován pokles tlaku vodíku, obvykle 4 hodiny. Po dokončené reakci a izolaci katalyzátoru se produkt získá filtrací po vykyselení klerátu kyselinou chlorovodíkovou na pH 3.

Příklad 2

Provedení stejné jako u příkladu 1, ale s tím rozdílem, že navážku vodného roztoku amoniaku je třeba upravit na 12,6 % volné kyseliny sírové v pastě výchozí suroviny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 2,6-diaminomesitylen-4-sulfonové kyseliny vyznačený tím, že se 2,6-dinitromesitylen-4-sulfonová kyselina převede na jemnou suspenzi stechiometrickým množstvím vodného roztoku amoniaku za vzniku amonné soli a po přidavku 0,1 až 0,25

proc. hmot. katalyzátoru, jímž je platina nebo paládium suspendované na aktivním uhlí, se do reakční směsi zavede vodíková atmosféra s přetlakem 1 až 2 MPa vodíku, při teplotě 50 až 120 °C po dobu 2 až 5 hodin.