

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

267 458

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 127/19

(21) PV 4219-87.G
(22) Přihlášeno 09 06 87

(40) Zveřejněno 13 06 89
(45) Vydáno 06 06 90

(75)
Autor vynálezu

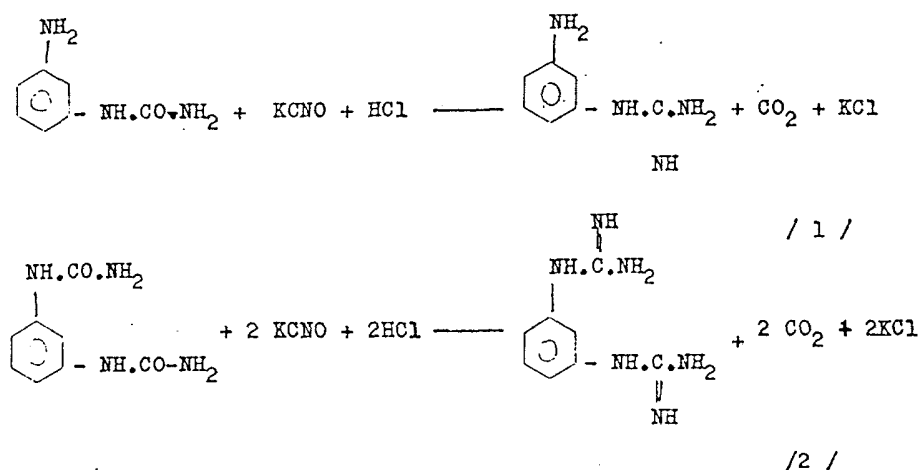
VOREL MILAN ing., SLATIŇANY

(54) Způsob výroby m-aminofenylmočoviny

(57) Řešení se týká způsobu výroby m-aminofenylmočoviny reakcí hydrochloridu m-fenylendiaminu s kyanatanem draselným v prostředí kyseliny chlorovodíkové o pH 1,3 až 1,6 nebo v pufovaném prostředí chloridu amonného a kyseliny chlorovodíkové za přítomnosti organických komplexotvorných činidel, například sodné soli N,N'-bis-2-hydroxyetylaminooctové kyseliny v množství 0,2 až 0,3 kg 40 % vodného roztoku na 100 g m-fenylendiaminu. Tyto látky inaktivují přítomné kovy v surovinách, takže je zcela potlačen vznik derivátů guanidinu, které jsou nežádoucí jak z hlediska technologie, tak i kvality výrobku.

Vynález se týká způsobu výroby m-amino-fenyl močoviny reakcí hydrochloridu m-fenylendiaminu s kyanatanem draselným při pH 1,3 až 1,6 nebo v pufrovaném prostředí chloridu amonného a kyseliny chlorovodíkové za přítomnosti organických komplexotvorných činidel.

Při dosavadním způsobu výroby m-amino-fenylmočoviny, který vychází ze surovin technické čistoty, běžně zpracovávaných v chemickém průmyslu, probíhají kromě žádané reakce, doprovázené vedlejší reakcí za vzniku m-fenylendimočoviny i následné reakce, při nichž dochází k tvorbě guanidinů podle následujících rovnic 1 a 2:



Popsané deriváty guanidinu tj. m-aminofenylguanidin a m-fenylendiguandin jsou svými negativními vlastnostmi v produktu zcela nežádoucí, neboť zhoršují jeho kvalitu, což se promítá i do technologie výroby m-aminofenylmočoviny.

Reakce /1/ a /2/ jsou katalyzovány některými ionty kovů, kromě iontů kovů alkalických a žíravých zemin, které jsou vždy přítomny v surovinách ve stopových množstvích. V kyselém prostředí, v němž probíhá hlavní reakce, se tyto ionty aktivují a způsobují tvorbu guanidinů v důsledku následných reakcí /1/ a /2/.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby m-aminofenyl-močoviny reakcí hydrochloridu m-fenylendiaminu s kyanatanem draselným v kyselém prostředí, který je předmětem vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se reakce provádí v přítomnosti organických komplexotvorných činidel například sodné soli N,N-bis-2-hydroxyetylaminooctové kyseliny v množství 0,2 až 3 kg 40 % vodného roztoku na 100 kg m-fenylendiaminu, s výhodou 0,6 až 1,65 kg 40 % vodného roztoku na 100 kg m-fenylendiaminu. Vznik nežádoucích guanidinů je zcela potlačen způsobem podle vynálezu, neboť komplexotvorná činidla působí jako inhibitory přítomných iontů katalyticky aktivních kovů. Lze použít některé sloučeniny kyseliny amino-octové, například sodnou sůl kyseliny N,N-bis-2-hydroxyetylaminooctové. Výběr komplexotvorných činidel se neomezuje na uvedený derivát kyseliny amino-octové, který je v daném případě nejvhodnější a je rovněž komerčně dostupný. Lze použít i další komplexony s obdobnými vlastnostmi.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou uvedeny následující příklady:

Příklad 1

Do smaltovaného kotle se předloží 350 l vody a násypkou se vnese 260 kg m-fenylendi-

aminu. Po rozpuštění se za míchání připustí 360 l 32 % kyseliny chlorovodíkové a za teploty 20 až 30 °C se během 3 až 4 hodin připouští roztok kyanatanu draselného (215 kg 95 % kyanatanu draselného rozpuštěného v 380 l vody) s přísávkem 2,2 kg 40 % vodného roztoku sodné soli N,N'-bis-2-hydroxyetylaminooctové. V průběhu reakce se pH reakční směsi udržuje na hodnotě 1,3 až 1,6 současným napouštěním 32 % kyseliny chlorovodíkové. Po napuštění veškerého roztoku kyanatanu draselného je reakce ukončena po 0,5 hodinovém vymíchání. Pak se k reakční směsi připustí 130 l 45 % hydroxidu sodného, doplní se vodou na objem 2 400 l, vyhřeje na 65 °C a po přidání 5 kg pomocné filtrační hmoty se překleruje přes kalolis a čirý klerát vykyselí 360 l 32 % kyseliny chlorovodíkové. Po ochlazení na 25 °C se vyloučená m-aminofenylmočovina odfiltruje na nuči.

Výtěžek je 312 kg 100 % m-aminofenylmočoviny, 86 % teorie na m-fenylendiamin.

Příklad 2

K roztoku 260 kg m-fenylendiaminu v 950 l vody se ve smaltovaném kotli připustí 530 l 36,7 % kyseliny chlorovodíkové a přidá se 80 kg chloridu amonného. Po ochlazení reakční směsi na -6 °C až -4 °C se během 3 hodin připustí roztok kyanatanu draselného (245 kg 95 % kyanatanu draselného rozpuštěného ve 400 l vody) obsahujícího 1,95 kg 40 % vodného roztoku sodné soli N,N'-bis-2-hydroxyetylaminooctové. Teplota v průběhu reakce vystoupí na 0 °C až 5 °C a mírně se přichlazuje solankovou lázní. Po připouštění roztoku kyanatanu draselného se reakční směs ještě 2 až 3 hodiny míchá při téže teplotě za účelem doreagování kyseliny kyanaté, načež se přidá 350 l vody, další 0,5 až 1 hodinu se míchá bez chlazení a vyloučená m-aminofenylmočovina se odfiltruje na nuči.

Výtěžek je 319 kg 100 % m-aminofenylmočoviny, 88 % teorie na m-fenylendiamin.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby m-aminofenylmočoviny reakcí hydrochloridu m-fenylendiaminu s kyanatnem draselným v kyselém prostředí vyznačený tím, že se reakce provádí v přítomnosti organických komplexotvorných činidel například sodné soli N,N'-bis-2-hydroxyetylaminooctové kyseliny v množství 0,2 až 3 kg 40 % vodného roztoku na 100 kg m-fenylendiaminu, s výhodou 0,6 až 1,65 kg 40 % vodného roztoku na 100 kg m-fenylendiaminu.