



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

242 116

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 24 09 84
(21) (PV 7153-84)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 127/19

(40) Zveřejněno 22 08 85
(45) Vydáno 01 02 88

(75)

Autor vynálezu

VOREL MILAN ing., SLATIŇANY; MICHÁLEK JOSEF, PARDUBICE;
LOHNISKÝ JAROMÍR, HOLICE V ČECHÁCH

(54)

Způsob přípravy m-aminofenylmočoviny

Způsob přípravy m-aminofenylmočoviny reakcí dihydrochloridu m-fenylendiaminu s kyanatanem alkalickým v pufovaném prostředí kyselých reagujících amonných solí jako chloridu, síranu nebo hydrogenfosforečnanu amonného při teplotě do + 10 °C. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se reakce provádí při výchozím molárním poměru reakčních komponent solí amonných ku m-fenylendiaminu 0,2 až 1,4 ku jedné, s výhodou 0,4 až 0,9 ku jedné a při molárním poměru kyseliny chlorovodíkové ku m-fenylendiaminu 2,1 až 2,8, s výhodou 2,3 až 2,6 ku jedné.

Vynález se týká způsobu přípravy m-aminofenylmočoviny reakcí dihydrochloridu m-fenylendiaminu s alkalickým kyanatanem v pufovaném prostředí solí amonných a kyseliny chlorovodíkové.

M-aminofenylmočovina je důležitým barvářským polotovarem k výrobě velmi cenných Midlonových barviv.

Při dosavadním způsobu přípravy m-aminofenylmočoviny reaguje m-fenylendiamin ve formě dihydrochloridu v silně kyselém prostředí přebytku kyseliny chlorovodíkové s alkalickým kyanatanem za teploty -10°C až $+10^{\circ}\text{C}$ při molárním poměru reakčních komponent kyselina chlorovodíková a m-fenylendiamin 2,4 až 3,2, s výhodou 2,6 až 2,9 ku jedné a spotřebě kyanatanu alkalického až 140 % teorie.

Nevýhodou popsaného postupu je vyšší spotřeba kyanatanu alkalického v důsledku rozkladu kyseliny kyanaté v daném prostředí na oxid uhličitý a amoniak, což zapříčiňuje nežádoucí pění reakční směsi v 1. fázi reakce.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy m-aminofenylmočoviny reakcí dihydrochloridu m-fenylendiaminu s alkalickým kyanatanem v pufovaném prostředí kyselých reagujících solí amonných jako chloridu, síranu nebo hydrogenfosforečnanu amonného a kyseliny chlorovodíkové při teplotě do $+10^{\circ}\text{C}$, který je předmětem vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se reakce provádí při výchozím molárním poměru reakčních komponent solí amonných ku m-fenylendiaminu 0,2 až 1,4 ku jedné, s výhodou 0,4 až 0,9 ku jedné a při molárním poměru kyseliny chlorovodíkové ku m-fenylendiaminu 2,1 až 2,8, s výhodou 2,3 až 2,6 ku jedné.

V důsledku přítomnosti solí amonných, které ~~působí~~ ^{příspějí} nežádoucí rozklad kyseliny kyanaté, lze snížit množství předkládané kyseliny chlorovodíkové na 2,1 až 2,8, s výhodou na 2,3 až 2,6 molu na 1 mol m-fenylendiaminu a kyanatanu draselného až na 20 % teorie k reakci.

K bližšímu objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení, jimiž ovšem není předmět vynálezu vyčerpán ani omezen. Uvedená % rozumějí se hmotnostní.

Příklady provedení

P ř í k l a d 1

K roztoku 26 g m-fenylendiaminu v 95 ml vody se přidá 48 ml kyseliny chlorovodíkové 37 %ní a 8 g chloridu amonného. Po ochlazení reakční směsi na -6°C až -4°C se během 3 hodin za intenzivního míchání propelerovým míchadlem nadávkuje roztok kyanatanu draselného (24,5 g KCNO rozpuštěného ve 40 ml vody). Teplota vystoupí na 0°C až $+5^{\circ}\text{C}$ a reakční směs se v průběhu reakce mírně přichlazuje solankovou lázní. Po připuštění roztoku kyanatanu se reakční směs ještě 3 hodiny míchá při téže teplotě za účelem úplného zreagování přítomné kyseliny kyanaté, načež se naředí 35 ml vody, půl hodiny míchá a vyloučená m-aminofenylmočovina se odfiltruje. Výtěžek činí 88 % teorie t. j. 32,0 g 100 %ní m-aminofenylmočoviny.

P ř í k l a d 2

K roztoku 26 g m-fenylendiaminu ve 110 ml vody se přidá 48 ml kyseliny chlorovodíkové 37 %ní a 14 g dihydrogenfosforečnanu amonného. Po ochlazení reakční směsi na -6°C až -4°C se v průběhu 2 hodin za intenzivního míchání propelerovým míchadlem připustí roztok kyanatanu sodného (19,6 g NaCNO rozpuštěného v 35 ml vody). Teplota vystoupí na 0° až $+5^{\circ}\text{C}$ a mírně se přichlazuje solankovou lázní. Po připuštění roztoku kyanatanu sodného se míchá 2 hodiny při téže teplotě, naředí 30 ml vody a míchá další hodinu. Vyloučená m-aminofenylmočovina se odfiltruje. Výtěžek činí 87 % teorie, t. j. 31,6 g 100 %ní m-aminofenylmočoviny.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

242 116

Způsob přípravy m-aminofenylmočoviny reakcí dihydrochloridu m-fenylendiaminu s alkalickým kyanatanem v pufovaném prostředí kyselých reagujících solí amonných jako chloridu, síranu nebo hydrogenfosforečnanu amonného a kyseliny chlorovodíkové při teplotě do + 10 °C vyznačený tím, že se reakce provádí při výchozím molárním poměru reakčních komponent solí amonných ku m-fenylendiaminu 0,2 až 1,4 ku jedné s výhodou 0,4 až 0,9 ku jedné a při molárním poměru kyseliny chlorovodíkové ku m-fenylendiaminu 2,1 až 2,8, s výhodou 2,3 až 2,6 ku jedné.