

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 6090-86.H
(22) Přihlášeno 19 08 86

(40) Zveřejněno 14 05 87
(45) Vydáno 01 11 89

(11) 254 448

(13) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 91/44

(75)
Autor vynálezu

VRÁNA MILAN dr.,
FUKA JOSEF ing.,
SÁDLO LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy čistého 3-aminofenolu

(57) Řešení se týká způsobu přípravy čistého 3-aminofenolu ze surového produktu vyrobeného alkalickým tavením 3-aminobenzensulfonové kyseliny. Podstatou je vykyselení rozpuštěného aminu anorganickou kyselinou, nejlépe chlorovodíkovou. 3-aminofenol se používá jako polotovar při výrobě léčiv, herbicidů a barviv.

1

Vynález se týká způsobu přípravy čistého 3-aminofenolu ze surového produktu vyrobeného alkalickým tavením 3-aminobenzensulfokyseliny.

3-aminofenol je důležitou surovinou při výrobě léčiv, herbicidů a barviv. Výchozí látkou pro jeho přípravu je kyselina 3-aminobenzensulfonová (metanilová). Alkalickým tavením s hydroxidem draselným se získá nečistý, tmavě hnědě zbarvený surový 3-aminofenol, obsahující nezreagovanou kyselinu metanilovou a 5-10 % hmot. derivátů difenylaminu, hlavně 4-amino-4'-hydroxy-difenylamin a 4,4'-dihydroxydifenylamin. Nejúčinnějším způsobem čištění 3-aminofenolu od těchto nečistot je destilace za sníženého tlaku. Její provedení není jednoduché.

Vzhledem k významnému rozkladu 3-aminofenolu při teplotách nad 165 °C je nutné destilovat při absolutním tlaku pod 1,3 kPa a s přidavkem stabilizátorů do násady. Vysoký bod tání 122 °C s významnou sublimací při této teplotě vyžaduje zvláštní úpravu při kondenzaci par destilátu. Čistý destilovaný 3-aminofenol musí být ihned zpracován krystalizací nebo šupinkováním, aby nedošlo k jeho zbarvení v přítomnosti vzduchu. Světlé produkty jsou stabilizovány proti oxidaci vhodnou příměsí. Výtěžek destilace se pohybuje od 70 do 78 % nasazeného množství 100%ního 3-aminofenolu. Zbytky je nutné likvidovat spálením a manipulace s nimi je velmi nepříjemná.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy čistého 3-aminofenolu ze surového produktu, vyrobeného alkalickým tavením kyseliny metanilové, podle tohoto vynálezu. Podstata spočívá v tom, že se roztok 3-aminofenolu vyčištěný klerací s aktivním uhlím při teplotě 60 až 65 °C a pH 5,2 okyselí anorganickou kyselinou, například chlorovodíkovou na pH 4,2 až 3,5 a po ochlazení na 35 až 45 °C se čistý produkt izoluje. Výtěžek čistého 3-aminofenolu je sice nižší (40 až 55 %) než v případě destilace, ale rozdíl se vyrovnává tím, že neutralizací matečných louhů je možné regenerovat 3-aminofenol se zvýšeným obsahem difenylaminů. Tento regenerát je světle žlutě zbarvený, neobsahuje žádné ve vodě nerozpustné látky a může být výhodně použit pro účely, kde zvýšený obsah difenylaminových derivátů nevedí, například pro výrobu některých druhů barviv.

Produkt krystalizace - čistý 3-aminofenol - s obsahem derivátů difenylaminu menším jak 1 % hmot. Je jen slabě žlutě až slabě hnědě zbarvený, dobře krystalický a pro naprostou většinu použití nemusí být sušen, protože je dále zpracováván ve vodném prostředí. Plně nahradí destilovaný 3-aminofenol pro přípravu farmaceutických lučebnin a herbicidů.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení.

Příklad

2

V násadě 1 500 ml vody bylo za postupného vyhřívání 65 °C rozpuštěno 450 g vlhkého surového 3-aminofenolu, velmi tmavě hnědě zbarveného a obsahujícího 88,15 % (396,5 g) sušiny. Obsah 4-amino-4'-hydroxydifenylaminu 5,50 %, 4,4'-dihydroxydifenylaminu 0,13 % a kyseliny metanilové 0,17 % v sušině. Dále obsahuje anorganické soli, ve vodě nerozpustné nečistoty a pryskyřice.

Roztok je nejprve okyselen přidavkem 4 ml 32,5%ní kyseliny chlorovodíkové na pH 5,2 a klérován filtrační po míchání s aktivním uhlím. Tím jsou odstraněny vysrážené pryskyřičnaté podíly. Kleraci je možné podle potřeby opakovat a výsledný filtrát odbarvit přidavkem 0,5 až 1 g dithioničitanu sodného.

Vyčištěný roztok 3-aminofenolu se dále okyselí kyselinou chlorovodíkovou na pH v oblasti 4,2 až 3,5 (nejlépe 4,0) a 3-aminofenol se ponechá z roztoku vykristalizovat ochlazením na 40 °C. Při této teplotě se provede filtrace a promytí krystalů 40 °C teplou vodou. Získaný vlhký 3-aminofenol je slabě žlutě zbarvený, pěkně krystalický a obsahuje 0,4 % difenylaminových derivátů. Výtěžek 238 g, s obsahem sušiny 77,7 %, tj. 46,6 % na násadu sušiny surového 3-aminofenolu.

Z matečných louhů se neutralizací 26%ním vodným amoniakem na pH 6,5, vysolením 190 g krystalického chloridu sodného a ochlazením na 25 °C získá zbývající podíl 3-aminofenolu 165 g (sušina 78,2 %), obsahující 10,6 % derivátů difenylaminu v sušině. Celkový výtěžek krystalizace je 79,1 procenta původně nasazeného suchého surového 3-aminofenolu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy čistého 3-aminofenolu ze surového 3-aminofenolu, vyrobeného alkalickým tavením kyseliny metanilové, vyznačující se tím, že roztok 3-aminofenolu vyčištěný klerací a aktivním uhlím při teplotě 60 až 65 °C a pH 5,2 se dále okyselí anorganickou kyselinou nejlépe zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, na pH 4,2 až 3,5 a po ochlazení ke krystalizaci při 35 až 45 °C se čistý 3-aminofenol izoluje filtrací.