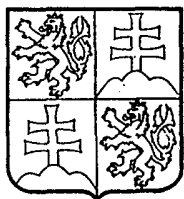


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATÍVNA
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

270 521

(21) PV 1210-88.G
(22) Prihlásené 25 02 88

(40) Zverejnené 13 12 89
(45) Vydané 25 06 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 81/05

(75) Autor vynálezu HAUSKRECHT PETER ing.,
ZERVAN IVAN ing., BRATISLAVA,
KOVAČIČ HENRICH, PEZINOK,
LACKO JURAJ, BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 3-metyl-4-nitrózofenolu

(57) 3-metyl-4-nitrózofenol sa vyrába nitro-
záciou 3-metylphenolu s dusitanom sodným
v prostredí minerálnej kyseliny v prítom-
nosti tenzidu.

Vynález sa týka spôsobu výroby 3-metyl-4-nitrózofenolu nitrozáciou 3-metylfenolu s roztokom dusitanu sodného v prostredí minerálnej kyseliny v prítomnosti tenzidu 3-metyl-4-nitrózofenol sa najčastejšie používa ako medziprodukt pri výrobe nitroderivátov 3-metylfenolu. Výrobu 3-metyl-4-nitrózofenolu popisuje Bridge Morgan, J. Am. Chem. Soc. 20 766 (1898) nitrozáciou 3-metylfenolu s kyselinou dusitou. Nitrozácia 3-metylfenolu s alkalickým dusitanom v prostredí kyseliny sírovej popisuje USA pat. č. 1 502 849. Rozpustnosť 3-metylfenolu vo vodných roztokoch minerálnej kyseliny s minerálnymi solami je malá a z toho dôvodu reakcia prebieha prakticky na rozhraní kvapalnej pary organickej vrstvy a vodných roztokov. 3-metyl-4-nitrózofenol je veľmi málo rozpustný v reakčnej zmesi. V priemyselnom merítku sa často stáva, že dochádza k tvorbe inkrustov na stenách reaktora, miešadlách a pod., pričom časť 3-metylfenolu zostáva nezreagovaná a samotné inkrusty znižujú prestup tepla cez stenu reaktora, pričom môže dochádzať k lokálnemu prehriatiu reakčnej zmesi.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom výroby 3-metyl-4-nitrózofenolu, podstata ktorého spočíva v tom, že 3-metylfenol sa nitrozuje s vodným roztokom dusitanu sodného v prítomnosti minerálnej kyseliny, najčastejšie kyseliny sírovej alebo chlór vodíkovej.

Nitrozácia prebieha v prítomnosti tenzidu.

Výhodou postupu podľa vynálezu je, že pri výrobe 3-metyl-4-nitrózofenolu sa netvoria inkrusty na stenách reakčnej aparatury, ktoré zhoršovali prestup tepla, čím mohlo nastať miestne prehriatie. Po ukončení výroby 3-metyl-4-nitrózofenolu sa museli inkrusty odstrániť, čo bolo podstatné a spôsobovalo časové a materiálne straty. Tenzid zabezpečuje lepší styk organickej i anorganickej časti kvapalnej fázy a reakcia môže prebiehať čiastočne v emulzii, ktorá umožňuje väčšiu reakčnú rýchlosť ako i lepší odvod tepla.

Príklad 1

Do reakčnej banky sa dalo 340 g 60,3 % hmot. kyseliny sírovej a 35 g 3-metylfenolu a 2 mg etylenoxidovaný adukt kyseliny nanoolejovej s počtom etylenoxidových jednotiek 19 až 24 (Slovasol-EL). Zmes sa za miešania ochladila na 0 °C. Potom sa k zmesi pridávalo počas 90 minút 70 g 38 % hmot. vodného roztoku NaNO_2 . Po ukončení premývania sa suspenzia odfiltrovala a premyla s 100 ml vody. Filtračný koláč o hmotnosti 44,3 g obsahoval 99 % hmot. 3-metyl-4-nitrózofenolu.

Príklad 2

Do reakčného kotla sa dalo 1 220 l 60,3 % hmot. kyseliny sírovej, ktorá sa vychladila na 5 °C. Potom sa k roztoku H_2SO_4 pridalo 183 l 3-metylfenolu a 0,02 l 20 % hmot. vodného roztoku dodecylbenzénsulfonátu sodného (Abeson NAM). Potom sa po ochladení na 0 °C začalo dávkovať za miešania pod hladinu 300 l 38 % hmot. vodného roztoku dusitanu sodného, pričom teplota nepresiahla 5 °C. Doba dávkovania bola 160 min. Reakčná zmes sa miešala ešte 30 minút. Získaná suspenzia obsahovala v prepočítaní 235 kg 100 % hmot 3-metyl-4-nitrózofenolu.

Vynález sa uplatní pri výrobe 3-metyl-4-nitrózofenolu, ktorý je medziprodukt pri výrobe viacerých organických látok, napríklad O,O-dimetyl-O-/3-metyl-4-nitrofenyl/tiofosfátu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 3-metyl-4-nitrózofenolu nitrozáciou 3-metylfenolu s vodným roztokom dusitanu sodného v prostredí minerálnej kyseliny vyznačujúci sa tým, že nitrozácia sa robí v prítomnosti tenzidu.