



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 007 385** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) МПК⁵ **C 07 C211/52,209/10**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 4622747/04, 30.12.1988

(46) Дата публикации: 15.02.1994

(71) Заявитель:

Московское научно-производственное
объединение "НИОПИК"

(72) Изобретатель: Андриевский А.М.,
Горелик М.В., Гордиевская Е.В., Альтман
Е.Ш., Авидон С.В., Ворожцов Г.Н., Дюмаев К.М.

(73) Патентообладатель:

Московское научно-производственное
объединение "НИОПИК"

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2-БРОМ-4,6-ДИНИТРОАНИЛИНА

(57) Реферат:

Использование: в органической химии, в частности в химии красителей. Сущность изобретения: 2-бром-4,6-динитроанилин с т. пл 149 - 151С и 150 - 151С; выход 85 - 90% , содержит менее 0,5% бромхлординитробензола. Реагент 1-

хлор-2-бром-4,6-динитробензол; реагент 2: водный раствор аммиака. Условия реакции: водная или водно-органическая среда, температура 86 - 90С, диспергатор, устойчивый в щелочных средах. Упрощение технологии за счет исключения газообразного аммиака и сухого спирта.

RU 2 007 385 C1

RU 2 007 385 C1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 007 385** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁵ **C 07 C211/52,209/10**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 4622747/04, 30.12.1988

(46) Date of publication: 15.02.1994

(71) Applicant:
MOSKOVSKOE
NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE
OB"EDINENIE "NIOPIK"

(72) Inventor: ANDRIEVSKIJ A.M.,
GORELIK M.V., GORDIEVSKAJA E.V., AL'TMAN
E.SH., AVIDON S.V., VOROZHTSOV
G.N., DJUMAEV K.M.

(73) Proprietor:
MOSKOVSKOE
NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE
OB"EDINENIE "NIOPIK"

(54) **METHOD OF 2-BROMO-4,6-DINITROANILINE SYNTHESIS**

(57) Abstract:

FIELD: organic chemistry. SUBSTANCE:
product: 2-bromo-4,6-dinitroaniline, m. p.
is 149-151 C and 150-151 C, yield is 85-90%
. Product contains less than 0,5%
bromochlorodinitrobenzene. Reagent 1:
chloro-2-bromo-4,6-dinitrobenzene. Reagent

2: aqueous ammonia solution. Reaction
conditions: aqueous or aqueous-organic
medium, at 86-90 C, disperser, which is
stable in alkaline media. EFFECT: enhanced
yield of product, simplified technology due
to excluding of gaseous ammonia and dry
alcohol use.

RU 2 007 385 C1

RU 2 007 385 C1

Изобретение относится к области органического синтеза, в частности к способу получения

2-бром-4,6-динитроанилина (6-бром-2,4-динитроанилина), который является промежуточным продуктом для получения различных органических соединений, в том числе дисперсных моноазокрасителей.

По известному способу 2-бром-4,6-динитроанилин получают из 2,4-динитрохлорбензола, который подвергают аммонолизу, а затем в том же аппарате броммируют. При этом реакции аммонолиза проводится при 100-120 °С в автоклаве и применяется постепенное добавление аммиака к расплаву 2,4-динитрохлорбензола. При добавлении всего аммиака сразу аммонолиз провести не удается из-за осмоления ароматики. Все это усложняет технологическое оформление процесса.

Известен также способ получения 2-бром-4,6-динитроанилина аммонолизом 2-бром-4,6-динитрохлорбензола, осуществляемым следующим путем: газообразный аммиак пропускают через сухой (безводный) спирт и этим раствором обрабатывают 2-бром-4,6-динитрохлорбензол.

Использование сложных условий: (газообразный аммиак пропускают через колонну с твердым КОН для высушивания; спирт перегоняют) не позволяет способу получить промышленное распространение. Нетехнологичность способа обусловливается тем, что применение газообразного сухого аммиака из баллона и безводного спирта влечет за собой особую категорию производства, нерентабельную для подобной задачи.

Задачей изобретения является увеличение технологичности процесса за счет исключения газообразного аммиака и сухого спирта.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения 2-бром-4,6-динитроанилина аммонолизом хлор-2-бром-4,6-динитробензола аммиаком при повышенной температуре в среде растворителя, аммонолиз ведут водным раствором аммиака в водной или в водно-органической среде при 86-90 °С в присутствии диспергатора.

По предлагаемому способу реакцию проводят в мягких условиях при температуре 86-90 °С в водной или в водно-органической среде в присутствии диспергатора **Br**.



В реакционной массе после аммонолиза содержится только целевой продукт и менее 0,5% бромхлординитробензола.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. 2,8 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 100 мл 30% -ного раствора аммиака, прибавляют 0,28 г диспергатора НФ и размешивают при 86-90° в течение 8 ч.

Конец реакции определяют методом ТСХ. Реакционную массу охлаждают, осадок 2-бром-4,6-динитроанилина отфильтровывают, сушат.

5 Масса 2,2 г; выход 85% от теории; т. пл. 149-151°С.

Пример 2. 2,8 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 30 мл хлорбензола, размешивают до полного растворения, прибавляют 100 мл 30% -ного раствора аммиака, 0,28 г диспергатора НФ и размешивают при температуре 88-90°С в течение 8 ч. По окончании реакции (определяют методом ТСХ) в реакционную массу прибавляют еще 30 мл воды, нагревают и отгоняют хлорбензол вместе с водой.

10 Выпавший осадок 2-бром-4,6-динитроанилина отфильтровывают, сушат.

15 Масса 2,35 г; выход 90% от теории; т. пл. 150-151°С.

Пример 3. 28 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 300 мл 30% -ного водного раствора аммиака, прибавляют 3 г динатрия метилена бис-нафталинсульфоната и размешивают при 86-90°С в течение 8 ч.

20 Конец реакции определяют методом тонкослойной хроматографии.

25 Реакционную массу охлаждают, осадок 2-бром-4,6-динитроанилина отфильтровывают, промывают водой, сушат.

30 Выход продукта 22,5 г (85,3% от теории).

Пример 4. 28 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 300 мл 30% -ного раствора аммиака, прибавляют 3 г продукта конденсации крезолформальдегидной смолы с 2,6-нафтолсульфокислым натрием, формальдегидом и сульфидом натрия, далее реакцию проводят аналогично указанному в примере 5.

35 Получают 32 г 2-бром-4,6-динитроанилина с выходом 85% от теории.

40 Примеры запредельных опытов.

Пример 5. 2,8 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 100 мл 30% -ного раствора аммиака и размешивают при температуре 86-90°С в течение 8 ч.

45 В реакционной массе методом ТСХ определяется значительное количество исходного бромхлординитробензола.

Пример 6. 2,8 г 2-бром-4,6-динитрохлорбензола помещают в 100 мл 30% -ного раствора аммиака, прибавляют 0,28 г диспергатора НФ и размешивают при температуре 60-70°С в течение 8 ч.

50 В реакционной массе методом ТСХ определяется значительное количество исходного бромхлординитробензола.

55 Предложенный способ имеет следующие преимущества перед прототипом:

60 позволяет упростить процесс технологически;

процесс можно проводить в присутствии любого, устойчивого в щелочных средах диспергатора. (56) Патент США N 438409, кл. С 07 С 85/04.

I. Chem. Soc. 125, 2482-84, 1984 (прототип).

Формула изобретения:

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ
2-БРОМ-4,6-ДИНИТРОАНИЛИНА
аммонолизом хром-2-бром-4,
6-динитробензола аммиаком при повышенной
температуре в среде растворителя,

отличающийся тем, что аммонолиз ведут
водным раствором аммиака в водной или в
водно-органической среде при 86 - 90°C в
присутствии диспергатора.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-4-

RU 2007385 C1

RU 2007385 C1