



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1353771 A1

(5D) 4 С 07 С 79/10

ВСЕСОЮЗНАЯ	
13	КАРЕНТАН
	ТЕХНИЧЕСКАЯ
	БИБЛИОТЕКА

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4052591/23-04

(22) 09.04.86

(46) 23.11.87. Бюл. № 43

(72) Б.В.Нелюбин, И.С.Деревянко
и В.Н.Дашко

(53) 547.534.1(088.8)

(56) Brown H.C., Bonner W.H.

Distribution of Isomess in the Mono-
nitration of Ethyl-and Isopropyl-
benzene. - J.Am.Chem. Soc, 1954,
76, p. 605-606.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ П-НИТРОЭТИЛ-
БЕНЗОЛА

(57) Изобретение касается нитрозаме-
щенных углеводородов, в частности
получения п-нитроэтилбензола - полу-
продукта в синтезе лекарственных ве-
ществ. Для повьшения выхода целевого
продукта и улучшения безопасности
процесса нитрования этилбензола (ЭБ)
смесью серной и азотной кислот (кон-
центрация составляет 78-82% для
 H_2SO_4 и 63-68% для HNO_3) H_2SO_4 добав-
ляют к смеси ЭБ и HNO_3 при массовом
соотношении ЭБ: HNO_3 = 1:1,05. Способ
обеспечивает выход целевого продукта
до 52,6% без образования 2,4-динитро-
этилбензола. 1 табл.

(19) SU (11) 1353771 A1

Изобретение относится к ароматическим нитросоединениям, в частности, к усовершенствованию способа получения п-нитроэтилбензола (пНЭБ), который применяется в качестве промежуточного продукта в синтезе лекарственных препаратов.

Цель изобретения - увеличение выхода целевого продукта, исключение образования динитроэтилбензолов (дНЭБ) и повышение безопасности проведения процесса нитрования путем добавления серной кислоты концентрации 78:82 мас.% к смеси этилбензола и азотной кислоты концентрации 63-68 мас.% при массовом соотношении этилбензол:азотная кислота 1:1-1,05.

Пример 1 (известный). В стеклянный реактор, снабженный мешалкой, термометром и обратным холодильником, загружают 106 г этилбензола (ЭБ). При охлаждении реактора водой добавляют из капельной воронки смесь 55 мл 82%-ной азотной кислоты и 67 мл 98%-ной серной кислоты таким образом, чтобы температура реакционной массы поддерживалась в интервале 25-30°C. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре 2 ч и после отделения органического слоя последний промывают водой, взвешивают и подвергают хроматографическому анализу. Получают продукт следующего состава, %:

ЭБ	8,4
пНЭБ	43,9
оНЭБ	36,7
мНЭБ	8,2
дНЭБ	2,8

Соотношение п- и о-изомеров 1,191

Масса продукта 150,25 г, что соответствует 99,5% от теоретического выхода. Выход мононитроизомеров этилбензола с учетом потерь 88,4%, в том числе пНЭБ 43,7%.

Пример 2. В стеклянный реактор, снабженный мешалкой, термометром и обратным холодильником, загружают 10,6 г этилбензола и 7,3 мл 65%-ной азотной кислоты. При охлаждении реактора водой добавляют из капельной воронки 21,8 мл 80%-ной серной кислоты таким образом, чтобы температура реакционной массы поддерживалась в интервале 25-30°C. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре 30 мин и после отделения органического слоя последний промывают водой, взвешива-

ют и подвергают хроматографическому анализу. Получают продукт следующего состава, %:

ЭБ	0,1
пНЭБ	51,9
оНЭБ	38,1
мНЭБ	9,9
дНЭБ	отсут.

Соотношение п- и о-изомеров 1,362

Масса продукта 15,04 г, что соответствует 99,6% от теоретически вычисленного на этилбензол. Выход мононитроизомеров этилбензола с учетом потерь 99,5%, в том числе пНЭБ 51,7%.

В условиях примера 2 проведена серия опытов, в которой варьируют концентрации серной и азотной кислот. Результаты опытов сведены в таблицу.

Результаты опытов 7 и 8 не приемлемы из-за образования динитропроизводных этилбензола, а опытов 9 и 10 - за счет высокого содержания непрореагированного этилбензола в получаемом продукте.

В примерах 11 и 12 описывается способ получения пНЭБ с использованием рецикла маточника (кислотного слоя) от предыдущих опытов.

Пример 11. В стеклянный реактор, снабженный мешалкой, термометром и обратным холодильником, загружают 10,6 г этилбензола и 7,3 мл 65%-ной азотной кислоты. При охлаждении реактора водой добавляют из капельной воронки смесь 9,7 мл 92,5%-ной серной кислоты и 12,1 мл кислотного слоя, взятого после проведения опыта 2. Температуру реакционной массы поддерживают на уровне 25-30°C. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре 30 мин и после отделения и промывки органического слоя, его взвешивают и подвергают хроматографическому анализу. Получают продукт следующего состава, %:

ЭБ	Следы
пНЭБ	51,9
оНЭБ	38,2
мНЭБ	9,9
дНЭБ	Отсутствует

Соотношение п- и о-изомеров 1,359

Масса продукта 15,04 г, что соответствует 99,6% от теоретически вычисленного на этилбензол. Выход мононитроизомеров этилбензола с учетом потерь 99,6%, в том числе пНЭБ 51,7%.

Пример 12. В стеклянный реактор, снабженный мешалкой, термометром и обратным холодильником, загружают 10,6 г этилбензола и 7,3 мл 65%-ной азотной кислоты. При охлаждении реактора водой добавляют из капельной воронки смесь 9,7 мл 92,5%-ной серной кислоты и 12,1 мл кислотного слоя, взятого после проведения примера 11. Температуру реакционной массы поддерживают на уровне 25-30°C. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре 30 мин и после отделения и промывки органического слоя, его взвешивают и подвергают хроматографическому анализу. В результате получают продукт следующего состава, %

ЭБ	0,1
пНЭБ	51,9
оНЭБ	38,1
мНЭБ	9,9
дНЭБ	Отсутствует

Соотношение п- и о-изомеров 1,362

Масса продукта 15,04 г, что соответствует 99,6% от теоретически вы-

численного на этилбензол. Выход мононитроэтилбензолов с учетом потерь 99,5%, в том числе пНЭБ 51,7%.

Таким образом, использование данного способа получения паранитроэтилбензола позволяет повысить выход целевого продукта на 7,5-8,5% и предотвратить образование 2,4-динитроэтилбензола, т.е. повысить безопасность проведения процесса нитрования.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения п-нитроэтилбензола нитрованием этилбензола смесью азотной и серной кислот при 25-30°C, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта и повышения безопасности процесса, серную кислоту концентрацией 78-82 мас.% добавляют к смеси этилбензола и азотной кислоты концентрацией 63-68 мас.% при массовом соотношении этилбензол:азотная кислота 1:1-1,05.

Опыт	H ₂ SO ₄		HNO ₃		ЭБ, мл	Состав продукта, %					Соотношение п- и о-изомеров	Масса продукта, г	Выход пНЭБ, %
	концентрация, %	мл	концентрация, %	мл		ЭБ	пНЭБ	оНЭБ	мНЭБ	дНЭБ			
1	98	67	82	55	122	8,4	43,9	36,7	8,2	2,8	1,2	150,25	43,7
2	80	21,8	65	7,3	12,2	0,1	51,9	38,1	9,0	-	1,4	15,04	51,7
3	78	27,6	65	7,3	12,2	1,3	51,7	39,5	7,5	-	1,3	15,04	51,5
4	80	23,0	63	7,6	12,2	1,0	51,2	39,7	8,1	-	1,3	15,04	51,0
5	80	19,8	68	6,9	12,2	-	52,2	40,7	7,1	Следы	1,3	15,04	52,0
6	82	17,9	65	7,3	12,2	-	52,0	40,3	7,7	"	1,3	15,04	51,8
7	85	14,1	65	7,3	12,2	-	52,0	4,8	5,0	1,2	1,2	15,04	51,8
8	80	18,8	70	6,7	12,2	-	52,8	43,1	3,2	0,9	1,2	15,03	52,6
9	80	25,3	60	8,1	12,2	7,8	45,2	41,9	5,1	-	1,1	15,04	45,0
10	75	45,1	65	7,3	12,2	8,2	46,1	42,5	3,2	-	1,1	15,05	45,9

Составитель Н.Нарышкова

Редактор Н.Рогоulich

Техред Л.Сердюкова

Корректор В.Гирняк

Заказ 5667/23

Тираж 372

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г.Ужгород, ул.Проектная, 4