

Warszawa, dnia 20 października 1951 r.



CO7c 79/34

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34258

Kl. 12 ¹/_p, 14/04

Zjednoczone Zakłady Przemysłu Barwników „Boruta“
Przedsiębiorstwo Państwowe Wyodrębnione*)
(Zgierz, Polska)

Sposób wytwarzania *p*-nitrofenetolu

Udzielono z mocą od dnia 1 czerwca 1949 r.

Znane są sposoby wytwarzania *p*-nitrofenetolu z *p*-nitrochlorobenzenu i alkoholu w obecności ługu sodowego lub potasowego. Przy stosowaniu tych sposobów obok reakcji pożądanej następuje szereg reakcji ubocznych, polegających przeważnie na redukcyjnym działaniu alkoholu. W wyniku tych reakcji ubocznych tworzą się różne związki, np. *p*-, *p'*-dwuchloroazoksybenzen lub *p*-, *p'*-dwuchloroazobenzen. Na skutek tych reakcji ubocznych wydajność reakcji głównej, prowadzącej do otrzymywania *p*-nitrofenetolu, jest mała, otrzymywany zaś produkt jest zanieczyszczony.

Literatura podaje szereg przepisów prowadzenia tej reakcji przy zastosowaniu katalizatorów lub też bez ich użycia, przy czym do najbardziej znanych sposobów można zaliczyć następujące.

I. Stosuje się *p*-nitrochlorobenzen w roztworze alkoholowym z dodatkiem wody i ługu potasowego. Mieszaninę ogrzewa się w ciągu szeregu godzin, produkty zaś reakcji rozdziela się przez

destylację z parą wodną. Otrzymuje się wydajność nie jednostajną, częstokroć małą, przy czym destylacja z parą wodną jest czynnością kłopotliwą.

II. Stosuje się *p*-nitrochlorobenzen w roztworze alkoholowym z ługiem sodowym i dwutlenkiem manganu jako katalizatorem i postępuje się jak wyżej. Otrzymywane wyniki są nieco lepsze, jednakże wytwarzany produkt nie jest czysty i w najlepszym razie wykazuje temperaturę topnienia 50°C zamiast 56°C. Ponadto przy stosowaniu tego sposobu istnieje niebezpieczeństwo wybuchu.

III. Stosuje się *p*-nitrochlorobenzen w roztworze alkoholowym z dodatkiem kwaśnego siarczanu potasowego. Sposób ten wymaga długiego okresu czasu i z tego względu nie nadaje się do zastosowania go w skali przemysłowej.

IV. Stosuje się *p*-nitrochlorobenzen w roztworze alkoholowym z ługiem sodowym z dodatkiem gliceryny oraz z chlorkiem miedziawym jako ka-

*) Właścicielka patentu oświadczyła, że wynalazcami są Wacław Anders i Walerian Sta-
chura w Zgierzu

talizatorem. Sposób ten nie daje wybitnych korzyści i jest droższy z powodu użycia gliceryny.

Stwierdzono, że przy wytwarzaniu *p*-nitrofenetolu z *p*-nitrochlorobenzenu i alkoholu etylowego w obecności ługu sodowego doskonałym katalizatorem jest mieszanina dwutlenku ołowiu i chlorku miedziawego. Zastosowanie tego katalizatora pozwoliło uzyskać bardzo wydajną metodę technologiczną, dającą przy tym produkt o dużej czystości. Okazało się, że dwutlenek ołowiu i chlorek miedziawy mogą być wprowadzone do reaktora bądź oddzielnie, bądź też zawczasu zmieszane.

Dążąc do jak najbardziej ekonomicznej gospodarki alkoholem etylowym wspomniany nowy sposób otrzymywania *p*-nitrofenetolu udoskonalono następnie przez zobojętnianie nadmiaru ługu po skończonej reakcji, dokonywane dotychczas, przy użyciu kwasu mineralnego lub octowego, za pomocą dwutlenku węgla. Pozwoliło to uniknąć tworzenia się wody, pochodzącej ze zobojętniania zasady kwasem, a tym samym zapobiec rozcieńczeniu alkoholu.

Przykład. 160 kg *p*-nitrochlorobenzenu rozpuszcza się na gorąco w 400 kg czystego alkoholu etylowego o stężeniu 95%, dodając 30 kg drobno zmielonego dwutlenku ołowiu, zmieszanego z 15 kg zmielonego suchego chlorku miedziawego. Mieszaninę tę podgrzewa się do wrzenia i wkrapla do niej, przy stałym mieszanii, roztwór ługu sodowego, otrzymany przez rozpuszczenie 75 kg wodorotlenku sodu w 600 kg alkoholu etylowego. Wkraplanie w temperaturze wrzenia uskutecznia się w ciągu około 8 godzin, stosując w tejże tem-

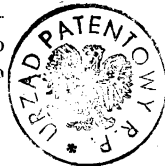
peraturze mieszanie w ciągu około 12 godzin. Próbką pobrana wówczas z reaktora nie wykazuje obecności *p*-nitrochlorobenzenu. Następnie nadmiar ługu zobojętnia się dwutlenkiem węgla, a po odstaniu gorący roztwór alkoholowy *p*-nitrofenetolu dekantuje się. Po oddestylowaniu alkoholu otrzymuje się *p*-nitrofenetol wysokiej czystości o temperaturze topnienia 56°C z wydajnością 82%. Większa część oddestylowanego alkoholu jest przy tym bezpośrednio zdolna do dalszych produkcji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania *p*-nitrofenetolu z *p*-nitrochlorobenzenu, alkoholu etylowego oraz ługu sodowego w obecności katalizatora, znamieny tym, że jako katalizator stosuje się mieszaninę dwutlenku ołowiu i chlorku miedziawego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że do zobojętniania nadmiaru ługu sodowego po ukończeniu reakcji stosuje się dwutlenek węgla.
3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że dwutlenek ołowiu i chlorek miedziawy wprowadza się do reaktora bądź oddzielnie, bądź też zawczasu zmieszane.

Zjednoczone Zakłady
Przemysłu Barwników „Boruta”
Przedsiębiorstwo Państwowe
Wyodrębnione

Zastępca: J. Felkner
rzecznik patentowy



BIBLIOTEKA

B.Z.G. — 150 z. m. 1039 — 16.III-51 — T-2-11225 — 26.X-51

Urząd Patentowy
Rzeczpospolita Polska