



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

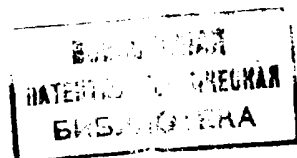
(19) **SU** (11) **1616514** **A3**

(51)5 С 07 С 22/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



1
(21) 3430671/23-63
(22) 22.04.82
(46) 23.12.90. Бюл. № 47
(71) Оксон Италия С.п.А (ИТ)
(72) Эдоардо Паллукка (ИТ)
(53) 539.13 (088.8)
(56) Патент США № 4185035,
кл. С 07 С 85/24, опублик. 1980.
Патент США № 4120905,
кл. 260-646, 1978.
(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ 1-ХЛОР-2,6-ДИНИТРО-4-(ТРИФТОРМЕТИЛ)БЕНЗОЛА
(57) Изобретение относится к органической химии, конкретно к способу очистки 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензола (Динитро-РСВТ) от

2
диазотирующих агентов. Целью изобретения является уменьшение содержания окислов азота в целевом продукте - Динитро-РСВТ. Для этого производят обработку 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензола водным раствором бисульфита натрия, взятым в количестве, обеспечивающем концентрацию SO_2 в реакционной массе 1,59-3% и pH 1-3 при 70-75°C. Способ позволяет получать Динитро-РСВТ с низким содержанием окислов азота, а использование очищенных образцов Динитро-РСВТ для синтеза гербицида - трифлуралина приводит к получению его с содержанием НДПА 0,45-0,5 м.д.

Изобретение относится к органической химии, конкретно к усовершенствованному способу очистки 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензола (Динитро-РСВТ) от диазотирующих агентов.

Цель изобретения - уменьшение содержания окислов азота в целевом продукте - Динитро-РСВТ за счет обработки его в водной среде водным раствором бисульфита натрия, взятым в количестве, обеспечивающем концентрацию SO_2 в реакционной массе 1,59 - 3% и pH 1-3.

Пример 1. 200 мл воды и 100 г Динитро-РСВТ подают в реактор и нагревают до 70-75°C при интенсивном перемешивании. После достижения перемешивания органического и водного слоев в течение 20 мин прибавляют 13,3 г раствора бисульфита натрия, содержащего 25,5% SO_2 (соответствует

общей концентрации 1,59%, если принимается в расчет H_2O , присутствующая в массе; pH 3).

Массу поддерживают при 70-75°C в течение 2 ч при непрерывном интенсивном перемешивании. Перемешивание прекращают и дают массе отстояться. Нижний органический слой отделяют и добавляют в раствор, содержащий 200 мл H_2O и 5 г Na_2CO_3 , который предварительно нагревают до 70 - 75°C. Массу интенсивно перемешивают в течение 30-60 мин, после чего перемешивание прекращают.

Нижний органический слой отделяют и получают 96 г Динитро-РСВТ (96%).

При превращении образцов исходного Динитро-РСВТ и очищенного Динитро-РСВТ в трифлуралин и анализе полученных продуктов на содержание нитрозоаминов методом ГЛХ с селективным

(19) **SU** (11) **1616514** **A3**

азотным детектором (метод внешнего стандарта) получены следующие данные: при использовании исходного Динитро-PCBT в полученном трифлуралине 156 миллионных долей (м.д.) нитрозодипропиламина (НДПА); при использовании очищенного Динитро-PCBT 0,5 м.д.

Пример 2. Проводят аналогично примеру 1, но используют 26,6 г раствора бисульфита натрия, содержащего 25,5% SO_2 (соответствует общей концентрации SO_2 3%, pH 1). Получают 93 г очищенного Динитро-PCBT, содержащего НДПА в полученном трифлуралине 0,45 м.д.

Пример 3 (сравнительный). Проводят аналогично примеру 1, но используют 6,4 г пиросульфита калия, содержащего 53% SO_2 , растворенного в 10 мл H_2O . Получают 95 г очищенного Динитро-PCBT, содержащего НДПА в полученном трифлуралине 0,7 м.д.

Пример 4 (сравнительный). Проводят аналогично примеру 1, но используют 3,3 г сульфита натрия, растворенного в 10 мл H_2O . Получают 87 г очищенного Динитро-PCBT, но большая величина pH приводит к неприемлемому снижению выхода.

Пример 5 (сравнительный). Проводят аналогично примеру 1, но используют 6,1 г раствора бисульфита натрия, содержащего 25,5% SO_2 . Получают 97 г очищенного Динитро-PCBT,

содержащего НДПА в трифлуралине 0,9 м.д.

Пример 6 (сравнительный). Проводят аналогично примеру 1, но используют 8 г 30%-ного NaOH на стадии подщелачивания. Получают 88 г Динитро-PCBT, однако большая величина pH приводит к неприемлемому снижению выхода.

Таким образом, предлагаемый способ очистки Динитро-PCBT от окислов азота позволяет получить на его основе трифлуралин с низким содержанием НДПА (0,45-0,5 м.д.).

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ очистки 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензола от окислов азота путем обработки полученного нитрованием 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензола в водной среде водным раствором неорганической соли при 70-75°C, отличающийся тем, что, с целью уменьшения содержания окислов азота в целевом продукте, 1-хлор-2,6-динитро-4-(трифторметил)бензол в водной среде обрабатывают водным раствором бисульфита натрия, взятым в количестве, обеспечивающем концентрацию SO_2 в реакционной массе 1,59 - 3% и pH 1-3, с последующим отделением органического вещества от водного слоя и промывкой органического слоя раствором щелочи.

Составитель И.Федосеева

Редактор О. Головач

Техред Л.Олийнык

Корректор А. Обручар

Заказ 3998

Тираж 331

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101