

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

73 339

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 17.05.1971 (P. 148 199)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1975

Kl. 12o,3/01

MKP C07c 79/10



Twórcy wynalazku: Jerzy Gniłka, Tomasz Budzisz

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy
Przemysłu Barwników, Zgierz
(Polska)

Sposób wytwarzania 2-nitro-p-ksylenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 2-nitro-p-ksylenu, półproduktu do syntezy barwników, na drodze nitrowania p-ksylenu.

Znanych jest kilka sposobów nitrowania p-ksylenu. Jeden ze znanych sposobów laboratoryjnych polega na dodawaniu dymiącego kwasu azotowego do chłodzonego lodem p-ksylenu w temperaturze $-5-0^{\circ}$. Inny sposób laboratoryjny polega na nitrowaniu p-ksylenu dymiącym kwasem azotowym w 98%-owym kwasie octowym. Według znanego sposobu stosowanego w technice (raporty alianckie) dozjuje się w temperaturze $12-15^{\circ}$ na przemian p-ksylen i mieszaninę nitrującą, składającą się z 3,5 części wagowych mieszaniny nitrującej, zawierającej 28% kwasu azotowego, 56,5% kwasu siarkowego i 15,5% wody oraz z 1 części wagowej mieszaniny nitrującej, zawierającej 33% kwasu azotowego i 67% kwasu siarkowego, do 70%-owego kwasu siarkowego w taki sposób, by w środowisku reakcyjnym występował zawsze niewielki nadmiar ksylenu.

Niedogodnością pierwszej z wymienionych metod jest konieczność stosowania niskiej temperatury. Ujemną stroną drugiej metody stanowi używanie kwasu octowego jako rozpuszczalnika. Stosowane w metodzie technicznej równolegle dozowanie p-ksylenu i mieszaniny nitrującej jest w praktyce niewygodne. Omówiony wyżej sposób, stosowany w technice, wymaga także bardzo skomplikowanej obróbki końcowej w celu uzyskania gotowego

2

produktu o zadowalającym stopniu czystości.

Według tego sposobu przemycza się wyodrębniony z mieszaniny poreakcyjnej 2-nitro-p-ksylen wodą, ogrzewa go z 30%-wym ługiem sodowym do temperatury 70° , oddestylowuje nieprzereagowany p-ksylen z parą wodną, przemycza ponownie rozcieńczonym ługiem sodowym, następnie wodą i wreszcie suszy surowy produkt pod próżnią i poddaje z kolei destylacji próżniowej. Wydajność znanych sposobów wytwarzania 2-nitro-p-ksylenu nie przekracza 80%.

Sposobem według wynalazku nitruje się p-ksylen w chlorobenzenie w temperaturze $0-10^{\circ}$ za pomocą mieszaniny nitrującej, zawierającej 25-32% kwasu azotowego, 63-56% kwasu siarkowego i około 12% wody. Na 1 mol ksylenu używa się 1-1,5 mola 100%-owego kwasu azotowego. Stosunek wagowy p-ksylenu do chlorobenzenu wynosi 1:1. Mieszaninę poreakcyjną wylewa się następnie na lód i wyodrębnia oddzielną warstwę organiczną, przemycza ją wodą, rozcieńczonym ługiem sodowym i ponownie wodą i oddestylowuje pod zmniejszonym ciśnieniem kolejno najpierw chlorobenzen, a następnie 2-nitro-p-ksylen. Wydajność procesu wynosi 90%. Produkt końcowy stanowi 99%-owy 2-nitro-p-ksylen.

Proces nitrowania sposobem według wynalazku przebiega bez trudności i nadaje się do stosowania w skali technicznej. Użyty jako rozpuszczalnik chlorobenzen dobrze rozpuszcza otrzymany 2-nitro-

p-ksylen, dzięki czemu gotowy produkt daje się łatwo wyodrębnić w postaci czystej.

Wynalazek ilustruje następujący przykład, w którym części oznaczają części wagowe.

Przykład. Do roztworu 318,5 części p-ksylenu w 318,5 częściach chlorobenzenu wkrapla się, mieszając, w temperaturze 0—5° 814 części mieszaniny nitrującej, zawierającej 28% kwasu azotowego, 60% kwasu siarkowego i 12% wody. Masę reakcyjną miesza się po zakończeniu wkrapiania mieszaniny nitrującej w ciągu 2 godzin w temperaturze 5—10° i wylewa na lód. Oddzieloną warstwę organiczną przemywa się kolejno dwukrotnie 500 częściami wody, 500 częściami 5%-owego ługu sodowego i znowu dwukrotnie 500 częściami wody. Po zakończeniu przemywania oddestylowuje się chlorobenzen pod ciśnieniem 30—40 mm słupa rtęci, a następnie 2-nitro-p-ksylen w temperaturze 105—107° pod ciśnieniem 10 mm słupa rtęci. Otrzymuje się 90%-owy 2-nitro-p-ksylen. Wydajność procesu wynosi 90%.

Postępując wyżej opisanym sposobem można stosować mieszaninę nitrującą, zawierającą 25—32% kwasu azotowego, 63—56% kwasu siarkowego i około 12% wody.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania 2-nitro-p-ksylenu na drodze nitrowania p-ksylenu mieszaniną nitrującą, **znamienny tym**, że roztwór p-ksylenu w chlorobenzenu w stosunku wagowym 1:1 nitruje się w temperaturze 0—10° za pomocą mieszaniny nitrującej, zawierającej 25—32% kwasu azotowego, 63—56% kwasu siarkowego i około 12% wody, wylewa masę poreakcyjną na lód i wyodrębnia oddzieloną warstwę organiczną, przemywa ją wodą rozcieńczonym ługiem sodowym i ponownie wodą i oddestylowuje pod zmniejszonym ciśnieniem najpierw chlorobenzen, a następnie 2-nitro-p-ksylen.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do nitrowania używa się na 1 mol ksylenu 1—1,5 mola 100%-owego kwasu azotowego.