



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

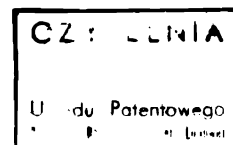
Int. Cl.³ C07C 76/06
C07C 79/10

Zgłoszono: 23.01.81 (P. 229356)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 27.11.81

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984



Twórcy wynalazku: Tomasz Koźluk, Wojciech Kulicki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakład Doświadczalny „CHEMIPAN”
Instytut Chemii Fizycznej
i Instytutu Chemii Organicznej
Polskiej Akademii Nauk,
Warszawa (Polska)

Sposób wydzielania p-nitroetylobenzenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania p-nitroetylobenzenu z mieszaniny izomerów o-, m-, p-nitroetylobenzenów. Izomer para jest cennym półproduktem w przemyśle chemicznym, zwłaszcza w produkcji środków zapachowych oraz związków o własnościach ciekłokrystalicznych.

Dotychczas p-nitroetylobenzen otrzymywano przez rozdestylowanie mieszaniny izomerów powstałych w wyniku nitrowania etylobenzenu. Sposób ten wymaga wysoko wydajnych kolumn destylacyjnych ze względu na niewiele różniące się temperatury wrzenia poszczególnych izomerów. Proces destylacji jest czasochłonny, a ponadto wymaga specjalnych środków ostrożności z uwagi na częste wypadki eksploatacji występujące w czasie destylacji.

Celem wynalazku było uniknięcie tych niedogodności i opracowanie bezpiecznego sposobu otrzymywania p-nitroetylobenzenu z mieszaniny izomerów, otrzymanej po nitrowaniu etylobenzenu.

Stwierdzono, że cel ten uzyskuje się, jeżeli mieszaninę izomerów nitroetylobenzenu w roztworze rozpuszczalnika typu benzen, węglowodorów nasyconych, alkoholi, estrów lub mieszanin takich rozpuszczalników oziębia się poniżej temperatury -40°C , po czym wytrącony osad oddziela się. Osad ten stanowi p-nitroetylobenzen o czystości przekraczającej 98%.

Sposób według wynalazku odznacza się prostotą, oraz wysokim stopniem bezpieczeństwa. Wielokrotne powtórzenie procesu według wynalazku pozwala uzyskać produkt o bardzo wysokiej czystości, zawierający 99,5% p-nitroetylobenzenu.

Przykład I. Do 200 g mieszaniny nitroetylobenzenów o składzie 25% orto, 3% meta, 72% para, dodano 3 dcm³ ligroiny (frakcja wrząca w temperaturze $68-80^{\circ}\text{C}$) i ochłodzono do temperatury -60° . Wytrącone kryształy odsąca się, przemywa ligroiną, a następnie w temperaturze pokojowej odparowuje się rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem i otrzymuje 163 g produktu o zawartości p-nitroetylobenzenu 98,8%, a izomeru orto i meta po 0,6%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania p-nitroetylobenzenu z mieszaniny izomerów, **znamienny tym**, że mieszaninę tę w roztworze rozpuszczalnika typu benzen, węglowodorów nasyconych, alkoholi, eterów lub ich mieszanin oziębia się poniżej temperatury -40°C , po czym wytrącony osad oddziela się.