

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

91209

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 06.10.73 (P. 165678)

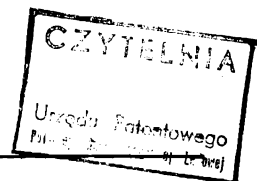
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.75

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1977

MPK C07c 87/60

Int. Cl.² C07C 87/60



Twórcy wynalazku: Mirosław Kazimierzczak, Tymoteusz Sznarkowski,
Maria Dąbrowska-Zegalska, Bernard Ratz, Marian
Przybyłek, Leopold Michalczyk

Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne „Zachem”, Bydgoszcz (Pol-
ska)

Sposób otrzymywania 6-nitro-3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu

1

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania 6-nitro-2-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu przez nitrowanie 65% kwasem azotowym 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu w środowisku wodnym zawierającym 7—8% kwasu octowego i w obecności śladowych ilości azotynu sodu, oraz hydrolizę produktu nitracji 6-nitro-3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu rozcieńczonym wodorotlenkiem sodowym.

Znanym sposobem 6-nitro-3-amino-4-metoksy-1-metylobenzen otrzymuje się przez acetylację 3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu bezwodnikiem kwasu azotowego, a następnie po wyodrębnieniu ze środowiska wodnego, 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzen poddaje się nitracji stężonym 86—88% kwasem azotowym w środowisku bezwodnym w obecności: bezwodnika kwasu octowego, lodowatego kwasu octowego, stężonego kwasu siarkowego lub w dużym nadmiarze mieszaniny z kwasu siarkowego i kwasu azotowego. Otrzymany produkt nitrowania 6-nitro-3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzen wyodrębnia się z masy poreakcyjnej przez wylewanie do wody z lodem a następnie hydrolizuje rozcieńczonym wodorotlenkiem sodowym do 6-nitro-3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu. Wydajność procesu wynosi 65—68%.

Niedogodnością znanego sposobu otrzymywania 6-nitro-3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu jest konieczność wyodrębniania przed procesem nitracji 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu z masy

2

poreakcyjnej przez odsączenie i wysuszenie. Niedogodnością bowiem znanych sposobów nitracji jest konieczność stosowania określonego środowiska w czasie nitrowania mieszaniną nitrującą z kwasu azotowego i siarkowego lub konieczność stosowania środowiska lodowatego kwasu octowego, albo bezwodnika kwasu octowego w procesie nitrowania 86—88% kwasem azotowym. Inną niedogodnością znanych sposobów nitracji jest konieczność stosowania niskich temperatur od 0—5°C oraz wyodrębnianie produktu nitracji z masy poreakcyjnej przez wylewanie mieszaniny poreakcyjnej do wody z lodem co poważnie obniża wydajność procesu.

Niedogodności te eliminuje sposób według wynalazku, który polega na nitrowaniu 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu 65% kwasem azotowym, najkorzystniej w temperaturze 35—37°C w środowisku wodnym zawierającym 7—8% wagowych kwasu octowego i w obecności śladowych ilości azotynu sodu inicjującego proces nitrowania. Produkt nitrowania 6-nitro-3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzen po odfiltrowaniu hydrolizuje się rozcieńczonym wodorotlenkiem sodowym znanym sposobem. Wydajność procesu wynosi 70—75%.

Zaletą sposobu według wynalazku jest możliwość nie wyodrębniania 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu z zawiesiny wodnej zawierającej 7—8% kwasu octowego po acetylacji. Powyższe wynika z tego, że proces nitracji sposobem według

wynalazku prowadzi się w środowisku wodnym a początek reakcji inicjuje się azotynem sodu. Inną zaletą stosowania sposobu nitracji według wynalazku jest eliminacja wyodrębniania produktu nitracji z mieszaniny poreakcyjnej przez wylanie do wody z lodem oraz stosowanie znacznie łagodniejszych warunków nitracji co umożliwia stosowanie mniej skomplikowanej aparatury.

Przykład. Do 146,7 g 93,5% 3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu dodaje się około 900 g wody i ogrzewa do temperatury 55°C. Następnie wkrapla się w temperaturze poniżej 65°C i 132,7 g bezwodnika kwasu octowego i ogrzewa około 1 godziny. Otrzymaną zawiesinę po acetylacji zawierającą 7—8% kwasu octowego schładza się do 35°C, dodaje 4 g NaNO_2 i wkrapla w temperaturze 35—37°C 350 g 65% kwasu azotowego o gęstości 1,4. Po wkropleniu kwasu azotowego, roztwór miesza się 2 godziny w temperaturze 35—37°C i następnie filtruje. Odfiltrowany 6-nitro-3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzen w postaci 30% pasty hydrolizuje się przez jedną godzinę 1,8—2% wodorotlenkiem sodu w temperaturze 90°C. Otrzymany 6-nitro-3-amino-4-metoksy-1-metylobenzen

schładza się do temperatury 30°C, filtruje i suszy w temperaturze 60—70°C.

W wyniku reakcji otrzymuje się 138—149 g 96—98% produktu o temperaturze topnienia 129—130°C. Wydajność procesu wynosi 70—75% w stosunku do 3-amino-4-metoksy-1-metylobenzenu.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób otrzymywania 6-nitro-3-amino-1-metylobenzenu przez nitrowanie 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu kwasem azotowym i hydroлизę produktu nitrowania 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzenu rozcieńczonym wodorotlenkiem sodowym, **znamienny tym**, że 3-acetamino-4-metoksy-1-metylobenzen nitruje się 65% kwasem azotowym w środowisku wodnym zawierającym korzystnie 7—8% wagowych kwasu octowego w temperaturze 35—37°C stosując dodatek azotynu sodowego w celu zainicjowania procesu nitrowania, po czym produkt reakcji po odfiltrowaniu hydrolizuje się w znany sposób.