



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15. IX. 1964 (P 105 735)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. I. 1968

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c

UKD

79/36

Twórca wynalazku: Stanisław Galinowski

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 5(8)-nitronaftochinonu-1,4

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania 5(8)-nitronaftochinonu-1,4 przez nitrowanie 1,4-naftochinonu. Dotychczas nieznane były metody bezpośredniego nitrowania 1,4-naftochinonu, gdyż związek ten utlenia się podczas reakcji nitrowania do bezwodnika ftalowego.

Według np. niemieckiego opisu patentowego nr 468507 5(8)-nitro-2,3-dwuchloronaftochinon-1,4 otrzymuje się przez nitrowanie 2,3-dwuchloronaftochinonu-1,4 w kwasie siarkowym. Pośredni sposób wytwarzania 5(8)-nitronaftochinonu-1,4 z 1,8-dwunitronaftalenu został opisany również przez Worózcowa i współpracowników (Żurnal Wsiesojuznogo Obszczestwa im. Mendelejewa 5, 474, 1960).

Metoda ta ze względu na skomplikowaną i wieloetapową syntezę nie może być podstawą do przemysłowego wytwarzania 5(8)-nitronaftochinonu-1,4.

Stwierdzono, że można otrzymać 5(8)-nitronaftochinon-1,4 bezpośrednio z 1,4-naftochinonu, jeżeli nitrowanie przeprowadzi się w środowisku stężonego fluorowodoru.

Wprawdzie znane jest nitrowanie związków aromatycznych w środowisku fluorowodoru (niemiecki opis patentowy nr 523538), jednak trudno było z góry przewidzieć, że środowisko to nie spowoduje

2

zakłóceń przy bezpośrednim nitrowaniu 1,4-naftochinonu. Stwierdzono, że przy zachowaniu odpowiednich warunków w czasie procesu nitrowania możliwe jest otrzymanie w procesie jednostopniowym 5(8)-nitronaftochinonu-1,4.

Sposobem według wynalazku nitrowanie 1,4-naftochinonu prowadzi się w środowisku stężonego fluorowodoru za pomocą kwasu azotowego o gęstości 1,5, przy czym utrzymuje się temperaturę pokojową oraz ciśnienie atmosferyczne. Uzyskany produkt wydziela się z mieszaniny poreakcyjnej przez wlanie roztworu do lodowatej wody i równoczesne oziębienie do temperatury poniżej 20°C, po czym wytrącony 5(8)-nitronaftochinon-1,4 odsącza się, przemywa wodą i metanolem i suszy.

Przykład. 1 część wagową 1,4-naftochinonu rozpuszcza się w 2 częściach wagowych stężonego fluorowodoru (98% fluorowodoru i 2% wody) i dodaje 0,5 części wagowych kwasu azotowego o gęstości 1,5. Powstały blade-żółty ruchliwy roztwór miesza się w ciągu 2 godzin, po czym wylewa się na 50 części wagowych lodowatej wody w ten sposób, aby temperatura nie przekroczyła 20°C i wytrącony 5(8)-nitronaftochinon-1,4 odsącza się, przemywa wodą, metanolem i suszy w temperaturze do 100°C. Otrzymuje się 1 część wagową produktu w postaci żółtawych kryształów o temperaturze topnienia 160—165°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 5(8)-nitronaftochinonu -1,4 —
znamienny tym, że 1,4-naftochinon nitruje się w środowisku stężonego fluorowodoru za pomocą kwa-

su azotowego o gęstości 1,5, utrzymując temperaturę pokojową i ciśnienie atmosferyczne, po czym uzyskany produkt wydziela się w znany sposób z mieszaniny poreakcyjnej.