



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46428

Kl. 12 o, 3/05
Kl. internat. C 07 c

Instytut Przemysłu Organicznego*)

Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania 1-nitroantrachinonu

Patent trwa od dnia 31 lipca 1961 r.

W znany sposób antrachinon w pozycji 1 nitruje się bądź nadmiarem stężonego HNO_3 , bądź stechiometryczną ilością środka nitrującego w stężonym H_2SO_4 . Żaden jednak z wymienionych sposobów nie pozwala na bezpośrednie otrzymanie czystego 1-nitroantrachinonu, który mógłby służyć jako surowiec do otrzymania 1-aminoantrachinonu. W 1-nitroantrachinonie powstającym przy mono-nitracji antrachinonu znanymi sposobami, można wykryć na drodze chromatograficznej obecność około 10% 1,5 i 1,7-dwunitroantrachinonów, około 6% 2-nitroantrachinonu i około 4% 1,6 — i 1,7-dwunitroantrachinonów (Coffey: Chem. and Ind. 10. 1070, 1953 r.). Wyodrębnianie czystego 1-nitroantrachinonu z takiej mieszaniny

na drodze chemicznej jest technicznie niewykonalne. Zawodzi również pozornie prosta metoda oczyszczania 1-nitroantrachinonu przez destylację próżniową, podano w niemieckim opisie patentowym nr 281490. Stwierdzono, że jeśli jako środowisko nitracji stosuje się zamiast stężonego H_2SO_4 , bezwodny fluorowodor i nitruje antrachinon stechiometryczną ilością lub niedomiarem środka nitrującego, np. KNO_3 to nitracja przebiega selektywnie, dając w rezultacie chromatograficznie czysty 1-nitroantrachinon.

Koncepcja nitracji niektórych związków aromatycznych w bezwodnym HF była poraz pierwszy podana przez Fredenstagna w niemieckim opisie patentowym nr 529538 w 1930 r., następnie podejmowana przez radzieckiego chemika Głeicha (Świadectwo autorskie nr 39775), wreszcie szerzej potraktowana przez amerykańskiego badacza Simons'a (J. Am. Chem.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Stanisław Galinowski i inż. Stanisław Świątły.

Soc. 63.608). Wszyscy oni jednak ograniczali się do najprostszych związków aromatycznych, jak benzen, fenol, prowadząc reakcję w niskich temperaturach około 0°C. Przedmiotem wynalazku jest zastosowanie bezwodnego HF jako środowiska przy nitracji związków wielopierścieniowych, jakimi są antrachinon i jego homologi przy jednoczesnym zastosowaniu temperatur reakcji do około 100°C i (prowadzeniu procesu) w autoklawie.

W powyższym sposobie, po przeprowadzeniu reakcji, HF renegeruje się całkowicie przez oddestylowanie (temperatura bezwodnego HF wynosi około + 20°C), co sprowadza w praktyce koszt wytwarzania 1-nitroantrachinonu wyłącznie do kosztów surowców podstawowych, to jest antrachinonu i środka nitrującego.

Przykład I. Do autoklawu w temperaturze 0°C wlewa się 10 części wagowych bezwodnego HF, po czym dodaje 1 część wagową antrachinonu i 0,5 części wagowych KNO₃. Auto-

klaw zamyka się, ogrzewa stopniowo do temperatury 60°C (ciśnienie około 3 atm.) i utrzymuje tę temperaturę w ciągu 2 godzin. Wreszcie oddestylowuje się HF ilościowo do zasobnika, skąd wraca on do obiegu. Pozostałość w autoklawie stanowi chromatograficznie czysty 1-nitroantrachinon.

Przykład II. Według sposobu podanego w przykładzie I nitruje się 2-metyloantrachinon, uzyskując 1-nitro-2-metyloantrachinon chromatograficznie czysty.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 1-nitroantrachinonu i jego homologów, znamienny tym, że antrachinon nitruje się w autoklawie, w środowisku bezwodnego fluorowodoru, przy temperaturze reakcji do 100°C.

Instytut Przemysłu Organicznego