



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 729190

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 13.06.78 (21) 2629544/40-23

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 25.04.80. Бюллетень № 15

Дата опубликования описания 28.04.80

(51) М. Кл.
С 07 С 79/46

(53) УДК 547.631.
.07 (088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. М. Андриевский, А. Н. Поплавский
и К. М. Дюмаев

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 4,4', 6,6'
ТЕТРАНITPOДИФЕНОВОЙ КИСЛОТЫ

1

Изобретение относится к синтезу органических нитросоединений, в частности, к способу получения 4,4' 6,6' тетранитродифеновой кислоты, которая является промежуточным продуктом в синтезе красителей, пигментов, мономеров.

Известен способ получения 4,4' 6,6'-тетранитродифеновой кислоты последовательным нитрованием 9,10-фенантренхинона до 2,4,7-тринитрсфенантренхинона, окислением до 4,4' 6-тринитродифеновой кислоты и нитрованием ее до 4,4' 6,6'-тетранитродифеновой кислоты [1].

Недостатком способа является многостадийность и низкий выход целевого продукта (до 20% в расчете на исходный фенантренхинон).

Целью изобретения является увеличение выхода целевого продукта и упрощение процесса.

Это достигается тем, что в способе получения 4,4' 6,6'-тетранитродифеновой кислоты, 9,10-фенантренхинон обрабатывают азидом натрия в серной кислоте, а

2

затем азотной кислотой при температуре 100-140°С.

Отличительным признаком способа является обработка исходного 9,10-фенантренхинона азидом натрия в серной кислоте, а затем азотной кислотой при 100-140°С.

Пример 1. К 4,16 г (0,02 г. моль) 9,10-фенантренхинона, растворенного в 58,4 мл (1,2 г. моль) H_2SO_4 (d 1,84), прибавляют при размешивании в течение 40 мин 13 г (0,02 г. моль) азиды натрия, поддерживая температуру не выше 40°. Перемешивают при этой температуре 1 ч, прибавляют 8,3 мл (0,2 г. моль) HNO_3 (d 1,51) и нагревают при 100°С 8 ч. Реакционный раствор выливают на 300 г льда. Осадок отфильтровывают, промывают водой и сушат. Получают 7,76 г (92%) 4,4' 6,6'-тетранитродифеновой кислоты — белые иглы из воды, т.пл. 293-293,5° (с разл.) Лит. т.пл. 288-289°, аммиак-диоксан 1:3).

Найдено, %: С 39,98; 40,18; Н 1,48; 1,76; N 13,20; 13,24. $C_{14}H_6N_4O_{12}$

Вычислено, %: С 39,82; Н 1,43; N 13,27.

ИК-спектр (KBr): неск. макс. 3200–2500 (ОН в COOH), 1715 (C=O), 1620, 1600, 1540 (NO_2), 1485, 1450, 1350 (NO_2), 1305, 1270, 1180, 1155, 1105 920, 810, 745, 735, 700 cm^{-1} .

Пример 2. К 6,24 г (0,03 г. моль) 9,10-фенантренина, растворенного в 95,8 мл (1,8 г. моль) H_2SO_4 (d 1,84), прибавляют при размешивании в течение 1 ч 2,24 г (0,0345 г. моль) азидата натрия, следя за тем, чтобы температура не превышала 60°. Перемешивают 1 ч, прибавляют 12,5 мл (0,3 г. моль) HNO_3 (d 1,51), нагревают при 140°C 2 ч, охлаждают и выливают на лед. Получают 11,3 г (89%) 4,4',6,6'-тетранитродифеновой кислоты, идентичной кислоте из предыдущего опыта по ИК-спектру, т.пл. и R_f .

Таким образом, предлагаемый способ получения 4,4',6,6'-тетранитродифеновой кислоты, заключающийся в обработке 9,

10-фенантренина азидом натрия в серной кислоте и последующим нитрованием, имеет существенные преимущества по сравнению со способом последовательного нитрования фенантренина, — позволяет вдвое сократить количество стадий и повысить выход целевого продукта от 20% до 92%.

Предлагаемый способ может найти широкое применение в синтезе красителей, пигментов, полимеров.

Формула изобретения

Способ получения 4,4',6,6'-тетранитродифеновой кислоты из 9,10-фенантренина, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта и упрощения процесса, 9,10-фенантренин обрабатывают азидом натрия в серной кислоте, а затем азотной кислотой при 100–140°C.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе
I.G.H. Christie, J. Kenner, J. Chem. Soc. 1923, 779 (прототип).

Составитель Е. Устинова

Редактор А. Морозова

Техред М. Петко

Корректор М. Вигула

Заказ 1905/22

Тираж 495

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 1