



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202957

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 27 04 79  
/21/ /PV 2939-79/

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 C 79/10

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)

Autor vynálezu

HAVLÍČEK VÁCLAV ing., PARDUBICE a NOVÁKOVÁ JAROSLAVA, BOHDANEČ

## (54) Způsob výroby 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu

Vynález se týká způsobu výroby 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu působením kyseliny dusičné na 1,3,5-trimethylbenzen v prostředí acetahydridu.

2-nitro-1,3,5-trimethylbenzen /nitromesitylen/ je meziproduktem pro výrobu 2-amino-1,3,5-trimethylbenzenu /mesidinu/, který je důležitou barvářskou a farmaceutickou surovinou.

Při dosud známých způsobech výroby nitromesitylenu nitrací 1,3,5-trimethylbenzenu /mesitylenu/ byly reakčním prostředím například kyselina sírová, acetonitril, acetahydrid, kyselina octová, popřípadě jejich směsi a jako nitrační činidlo byly používány anorganické soli kyseliny dusičné, benzoylnitrát, směsi kyseliny dusičné buď s kyselinou sírovou, nebo s acetahydridem a kyselinou octovou, popřípadě a acetonitrilem a kyselinou sírovou. Všechny dosud známé způsoby výroby jsou komplikovány intenzívním chlazením na přípustné teploty v rozmezí 0 až 20 °C, obvykle do 15 °C jak při přípravě nitračních směsí, tak při směšování nitrační kyseliny s nitrovanou látkou a jsou spojeny s rizikem při případném přehřátí reakční směsi.

Nitrace v prostředí kyseliny sírové vyžadovaly navíc intenzívní míchání a přídavky pomocných látek k zlepšení průběhu reakce nebo k omezení vzniku pryskyřičnatých nečistot, například přídavek močoviny, kyseliny amidosulfonové, polyethylenglykolisooktylfenolu nebo methylethylalkoxymethylamoniummethylsíraru.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu z 1,3,5-trimethylbenzenu v prostředí acetahydridu působením kyseliny dusičné, jehož podstata spočívá v tom, že se do reakční směsi při teplotě 25 až 100 °C vnáší kyselina dusičná o koncentraci 60 až 80 %, s výhodou 65 až 69,2 % hmot.

Přebytečný acetahydrid a produkt reakce acetahydridu s kyselinou dusičnou je možno po skončení nitrací hydrolyzovat přídavkem 1- až 5násobku stechiometrického množství vody a izolaci produktu provést vakuovou destilací při teplotě do 100 °C a tlaku do 10 kPa. Tímto způsobem se získá kromě hlavního produktu i koncentrovaná kyselina octová. Izolaci produktu je možné provést také běžným způsobem tak, že se reakční směs zředí vodou a oddělí se vodná

fáze od nitromesitylenové fáze. Postupem podle vynálezu je možno nitrovat přímo kyselinou dusičnou a odpadá příprava nitrační směsi, která je vždy spojena s uvolňováním značného množství tepla a tím i s nebezpečím.

Provedení reakce za teploty vyšší, než je obvyklé, umožňuje použít k chlazení vody místo solanky a urychlit dávkování kyseliny dusičné do reakční směsi, neboť kyselina dusičná i její meziproduct s acetanhydridem je okamžitě reakcí spotřebována a nemůže dojít k jejich nahromadění v reakční směsi vedle nezreagovaného 1,3,5-trimethylbenzenu. Produktem je převážně mono-nitroderivát, získaný ve formě žluté krystalické látky s teplotou tání nad 36 °C, obsahující za teploty místnosti jen malé množství eutektika. Výtěžky izolovaného produktu přesahují 80 % teorie, vztaženo na 1,3,5-trimethylbenzen. Kvalita produktu je lepší co do vzhladu i obsahu nečistot, než kvalita produktu získaného nitrací 1,3,5-trimethylbenzenu v prostředí kyseliny sírové, čištěného opakovaným praním zředěným louhem a vodou. Kvalita produktu získaného podle vynálezu umožňuje ho zpracovat bez čištění přímo redukcí dolní fáze po naředění reakční směsi vodou a oddělení vodné vrstvy.

Při případném praní surového produktu vodou se při druhém praní přidá louh sodný nebo draselný na dosažení pH prací vody v rozmezí 7,5 až 8. Neutrální reakce se snadno dosáhne, neboť surový product neobsahuje pryskyřice ani jiné vedlejší produkty, které by podporovaly tvorbu stabilních emulsi. Takto čištěný product může být skladován bez nebezpečí korozivního působení. Nečištěný product je po izolaci vakuovou destilací nebo po izolaci z reakční směsi zředěné vodou vhodný pro přímé zpracování na 2-amino-1,3,5-trimethylbenzen /mesidin/ redukcí železem podle Béchampa.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

#### P ř í k l a d 1

Do směsi 120,2 g 1,3,5-trimethylbenzenu a 300 g acetanhydridu bylo během 2 hodin při teplotě reakční směsi 55 až 60 °C postupně přidáno celkem 101 g kyseliny dusičné o koncentraci 65,5 % hmot. Reakční směs byla míchána 15 minut při 50 až 60 °C a pak naředěna 750 g vody teplé 45 °C. Po oddělení horní vrstvy, tvořené zředěnou kyselinou dusičnou a octovou, byl surový nitromesitylen vyprán při 45 °C postupně 1krát vodou, 1krát vodou za přídavku louhu sodného na dosažení pH = 8 a pak 2krát vodou do odstranění alkality. Bylo získáno 142 g 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu.

#### P ř í k l a d 2

Podle postupu v příkladu 1 byla reakce provedena za teploty 30 až 35 °C. Vakuovou destilací za tlaku 10 kPa byly při teplotě reakční směsi postupně zvyšované ze 40 na 80 °C odstraněny těžké podíly. Destilační zbytek byl čištěn praním stejně jako surový product v příkladu 1. Bylo získáno 145 g 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu.

#### P ř í k l a d 3

Podle postupu v příkladu 1 byla provedena reakce a izolace produktu. Surový product byl podroben redukcí podle Béchampa. Výtěžek 2-amino-1,3,5-trimethylbenzenu činil 74 %, počítáno na výchozí mesitylen.

#### P ř í k l a d 4

Směs 120,2 g 1,3,5-trimethylbenzenu a 310 g acetanhydridu byla nitrována podle příkladu 1. Pak bylo přidáno 9 g vody a byla provedena izolace podle příkladu 2. Bylo získáno 146 g 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu.

## PŘ E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby 2-nitro-1,3,5-trimethylbenzenu z 1,3,5-trimethylbenzenu v prostředí acetanhydridu působením kyseliny dusičné, vyznačený tím, že se do reakční směsi při teplotě 25 až 100 °C vnáší kyselina dusičná o koncentraci 60 až 80 %, s výhodou 65 až 69,2 % hmotnostních.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se pro izolaci produktu přebytečný acetanhydrid a jeho meziprodukt s kyselinou dusičnou po skončení nitrace hydrolysuje přidavkem 1- až 5násobku stechiometrického množství vody a těkavé podíly se odstraní vakuovou destilací při teplotě do 100 °C a tlaku do 10 kPa.