



C07c 79/46

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37523

Kl. 12 o, 14

Instytut Barwników i Półproduktów*)

Warszawa, Polska

Sposób otrzymywania krystalicznego chlorku *p*-nitrobenzoilu

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 stycznia 1954 r.

Według danych literaturowych większość metod otrzymywania chlorku *p*-nitrobenzoilu polega na chlorowaniu kwasu związkami chlorującymi jak: chlorkiem tionylu, pięciochlorkiem fosforu, mieszaniną tróchlorku fosforu z tlenochlorkiem fosforu.

Po reakcji czysty chlorek *p*-nitrobenzoilu jest wyosobniany przez destylację. Przeprowadzanie destylacji jest nieekonomiczne i niebezpieczne. W czasie destylacji, którą prowadzi się w temperaturze 150—155° C przy ciśnieniu 10—15 mm słupa rtęci, następuje często gwałtowny rozkład chlorku *p*-nitrobenzoilu, co związane jest z niebezpieczeństwem w czasie pracy.

W udanych destylacjach otrzymuje się średnio wydajność 50—60% wydajności teoretycznej obliczonej w stosunku do kwasu *p*-nitrobenzoesowego. Otrzymany produkt z destylacji ze względu na swą postać jednolitą, zbitą, wymaga przy dalszym zastosowaniu rozdrabniania i mielenia.

Wynalazek polega na tym, że proces chlorowania kwasu *p*-nitrobenzoesowego prowadzi się w rozpuszczalniku, którym jest chlorek etylenu i że chlorku *p*-nitrobenzoilu nie destyluje się lecz wykrystalizowuje z chlorku etylenu. Chlorek etylenu jako rozpuszczalnik stwarza odpowiednie środowisko reakcji, gdyż miesza się on dobrze z chlorkiem tionylu i nie wchodzi w reakcję z reagentami. Rozpuszczanie chlorku *p*-nitrobenzoilu w chlorku etylenu jest procesem endotermicznym i przez to wpływa na regulowanie przebiegu reakcji. Poza tym chlorek etylenu jest rozpuszczalnikiem selektywnym bardzo dobrze rozpuszcza chlorek *p*-nitrobenzoilu, a praktycznie nie rozpuszcza kwasu nitrobenzoesowego. To też po reakcji można łatwo przez odsysanie oddzielić nieprzereago-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Janusz Hirszowski i Józef Bierca.

wany kwas *p*-nitrobenzoesowy. Również smoły powstające w czasie reakcji są słabo rozpuszczalne w chlorku etylenu, co umożliwia, po oddestylowaniu nadmiaru chlorku tionylu, odfiltrowanie ich.

P r z y k ł a d. Mieszaninę technicznego kwasu *p*-nitrobenzoesowego (50,0 kg) chlorku etylenu (114,0 kg) i chlorku tionylu (88,3 kg) ogrzewa się w reaktorze pod chłodnicą zwrotną do temperatury 60° C. W tej temperaturze zaczynają się wydzielać gazy reakcyjne, SO₂ i HCl. Przebieg reakcji do temperatury 72° C jest powolny, od 72° do 80° C — energiczny. Gdy gazy przestaną się wydzielać z masy reakcyjnej, świadczy to o zakończeniu reakcji. Oddestylowuje się wówczas nadmiar chlorku tionylu z chlorkiem etylenu w temperaturze 77 — 83° C.

Pozostałość w reaktorze oczyszcza się węglem aktywnym i filtruje. Przesącz zagęszcza się do stężenia 70—80%-wego i wykrystalizowuje się z niego chlorek *p*-nitrobenzoilu I rzutu w ilości 38,5 kg. Po oczyszczeniu węglem aktywnym ługów pokrystalicznych i zagęszczeniu otrzymuje się po przeprowadzeniu krystalizacji 12,6 kg chlorku *p*-nitrobenzoilu II rzutu. Łącz-

nie otrzymuje się 51,1 kg chlorku *p*-nitrobenzoilu 95—96%-wego, co stanowi 91% wydajności teoretycznej, obliczonej w stosunku do kwasu *p*-nitrobenzoesowego. Destylat otrzymany przy oddestylowywaniu nadmiaru chlorku tionylu i chlorku etylenu zawraca się do następnej szarży.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób otrzymywania chlorku *p*-nitrobenzoilu, znamienny tym, że chlorowanie kwasu *p*-nitrobenzoesowego przeprowadza się za pomocą tionylu w chlorku etylenu jako rozpuszczalniku i z masy poreakcyjnej chlorek *p*-nitrobenzoilu wyosabia się przez krystalizację.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że reakcję prowadzi się w temperaturze 72 — 80° C.

I n s t y t u t B a r w n i k ó w
i P ó ł p r o d u k t ó w

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych