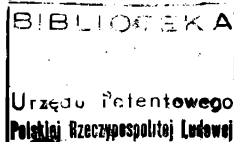


07c 49/10



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47452

 Kl. (21) o, 3/01
 Kl. internat. C 07 c

Zakłady Chemiczne „Sarżyna“*)

Sarżyna, Polska

Sposób otrzymywania czystego nitroetylobenzenu z pozostałości po destylacji produktów nitrowania etylobenzenu

Patent trwa od dnia 27 kwietnia 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania czystego nitroetylobenzenu z pozostałości po destylacji produktów nitrowania etylobenzenu, tak zwanej pozostałości kotłowej.

Jak wiadomo, przy nitrowaniu etylobenzenu tworzy się mieszanina o-i p-nitroetylobenzenu oraz niewielkie ilości m-nitroetylobenzenu. W celu rozdzielania mieszaniny na izomery o- i p-nitroetylobenzenu, techniczny nitroetylobenzen poddaje się frakcjonowanej destylacji pod próżnią. Szczególnie cenny jest p-nitroetylobenzen jako półprodukt do syntezy chloramfenikolu.

W czasie destylacji, podczas długotrwałego ogrzewania nitroetylobenzenu lub przy nitrowaniu etylobenzenu, powstają produkty smoliste i inne związki nienasycone.

Zanieczyszczenia te ograniczają możliwość uzyskiwania większej wydajności p-nitroetylo-

benzenu z destylacji. Pozostałość kotłowa, która zawiera 30—40% substancji smolistych i 70—60% p-nitroetylobenzenu, nie może być poddana ponownej destylacji ze względu na bezpieczeństwo.

Obecność bowiem tej ilości substancji smolistych w nitroetylobenzenu może powodować zapalenie się nitrozwiązku lub wybuch.

Proponowano już (E. E. Reid, J. Am. Chem. Soc. 49, 3150, 1927) w celu oddzielenia nitroetylobenzenu od produktów smolistych i dwinitroetylobenzenu stosować destylację z parą wodną. Sposób ten z uwagi na niską prężność par nitroetylobenzenu jest nieekonomiczny i nieskuteczny, ponieważ destyluje przy tym, szczególnie z przegrzaną parą wodną, również dwinitroetylobenzen.

Stwierdzono, że w pozostałości kotłowej można otrzymać czysty nitroetylobenzen, jeżeli pozostałość tę potraktuje się stężonym kwasem siarkowym ewentualnie w obecności siarki elementarnej, w temperaturze 30—100°C a powstającą przy tym termoplastyczną żywicę oddzieli

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Eugeniusz Hasiński, mgr Jan Dorosz i Michał Szarek.

od nitroetylobenzenu. Do tego celu stosuje się kwas siarkowy, korzystnie 70—100%-owy oraz siarkę elementarną w ilości odpowiednio 1—6 części wagowych kwasu i 0,01—0,05 części wagowych siarki na 10 części wagowych pozostałości kotłowej. Żywica ta wydziela się ilościowo i bardzo dobrze oddziela od nitroetylobenzenu. Lepkość jej w temperaturze 20°C wynosi 45000—50000 cP, zaś w 80°C 800—1500 cP.

Po oddzieleniu od tej żywicy, nitroetylobenzen przemywa się wodą i destyluje pod próżnią. Otrzymuje się p-nitroetylobenzen koloru jasno-cytrynowego o temperaturze krzepnięcia od —12°C do —12,7°C.

Stosowany w sposobie według wynalazku dodatek niewielkiej ilości siarki elementarnej wpływa na bezpieczeństwo destylacji oraz wykazuje działanie inhibujące procesy utleniania podczas destylacji.

Przykład. Pozostałość kotłową p-nitroetylobenzenu w ilości 10 kg wlewano do reaktora stalowego i przy mieszaniu ogrzewano do temperatury 35—40°C. W tej temperaturze dozowano do reaktora w czasie 0,5 godziny 4 kg stężonego kwasu siarkowego. Na skutek reakcji egzotermicznej temperatura w reaktorze wzrosła do 60°C. Po wkropleniu kwasu zawartość ogrzewano w temperaturze 80°C przez 1 godzinę. Następnie wyłączono ogrzewanie i mieszanie pozostawiając masę w spokoju na okres 3—4 go-

dzin w celu oddzielenia się substancji smolistych w postaci żywicy od p-nitroetylobenzenu.

Po tym czasie oddzielono nitrozwiązek od żywicy. Otrzymano 7 kg p-nitroetylobenzenu i 3 kg zanieczyszczeń. Nitroetylobenzen po przemyciu wodą destylowano pod próżnią. Wydajność destylacji wynosiła 92%. Oczyszczony p-nitroetylobenzen posiadał temperaturę krzepnięcia —12,4°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania czystego nitroetylobenzenu z pozostałości po destylacji produktów nitrowania etylobenzenu, znamienny tym, że pozostałość tę traktuje się stężonym kwasem siarkowym zwłaszcza 70—100%-owym w ilości 1—6 części wagowych kwasu siarkowego na 10 części wagowych pozostałości kotłowej, przy czym proces ten prowadzi się w temperaturze 30—100°C ewentualnie w obecności siarki elementarnej w ilości 0,01—0,05 części wagowych na 10 części wagowych pozostałości kotłowej a powstającą przy tym termoplastyczną żywicę oddziela od nitroetylobenzenu, który przemywa się wodą i dodatkowo oczyszcza na drodze destylacji próżniowej.

Zakłady Chemiczne „Sarżyna”

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek
rzecznik patentowy