

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248880

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 28 08 85
/21/ PV 6154-85

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 79/37

(40) Zveřejněno 17 07 86

(45) Vydáno 15 01 88

(75)

Autor vynálezu

BAHNÍK MILOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy 1,8-dichlor-4-nitroantrachinonu

Způsob přípravy 1,8-dichlor-4-nitroantrachinonu nitrací 1,8-dichlorantrachinonu v prostředí kyseliny sírové kyselinou dusičnou. Podstata spočívá v tom, že se nitrace po dosažení požadovaného stupně přeruší vylitím do vody.

Vynález se týká způsobu výroby 1,8-dichlor-4-nitroantrachinonu nitrací 1,8-dichlorantrachinonu v prostředí koncentrované kyseliny sírové.

Jsou známy způsoby výroby této sloučeniny nitrací 1,8-dichlorantrachinonu rozpuštěného v koncentrované kyselině sírové, směsí kyseliny sírové s kyselinou dusičnou při teplotě nepřevyšující 20 °C. V koncentrované kyselině sírové nerozpustný produkt nitrace se zizoluje, čímž dojde k oddělení od rozpustného zbytku výchozí látky.

Produkt se dále rozplaví ve vodě, odfiltruje, promyje a usuší. Při tomto způsobu výroby vždy vedle 1,8-dichlor-4-nitroantrachinonu vzniká i nežádoucí 1,8-dichlor-4,5-dinitroantrachinon a v reakční směsi zůstává i nezreagovaný 1,8-dichlorantrachinon. Vhodně vedenými reakčními podmínkami lze omezit vznik nežádoucí nitrolátky v reakční směsi za pobytu v reaktoru, ale nelze podmínky bez vysokých nákladů dodržovat i při izolaci vypadlého produktu od rozpustného zbytku výchozí látky, čímž dochází během izolace k růstu obsahu nežádoucí dinitrolátky.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby 4-nitro-1,8-dichlorantrachinonu nitrací 1,8-dichlorantrachinonu v prostředí kyseliny sírové kyselinou dusičnou jehož podstata spočívá v tom, že se po dosažení požadovaného stupně nitrace přeruší vylitím reakční směsi do takového množství vody, aby výsledná koncentrace kyseliny sírové byla nižší než 50 % hmotnostních.

Výhodou způsobu dle vynálezu je zvýšení výtěžnosti a zkrácení doby přípravy. Produkt, získaný postupem dle vynálezu obsahuje cca o 10 % méně dinitrolátek oproti dosavadnímu postupu.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu je uveden příklad provedení:

P ř í k l a d

30 g 1,8-dichlorantrachinonu se rozpustí v 300 g koncentrované kyseliny sírové a za chlazení se při teplotě do 20 °C přidá 27 g směsi kyseliny sírové s kyselinou dusičnou, obsahující 27 % kyseliny dusičné a při teplotě nepřevyšující 20 °C se míchá ještě 6 hodin. Potom se reakční směs zvolna přeleeje do 600 ml vody. Vysrážený produkt se zizoluje, promyje a usuší.

Bylo získáno 31 g produktu tj. 67,5 % teorie, s obsahem 76 % hlavní složky, 6 % nezreagované výchozí suroviny a 12 % dinitrodichlorantrachinonu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby 4-nitro-1,8-dichlorantrachinonu nitrací 1,8-dichlorantrachinonu v prostředí kyseliny sírové kyselinou dusičnou, vyznačující se tím, že se po dosažení požadovaného stupně nitrace tato přeruší vylitím reakční směsi do takového množství vody, aby výsledná koncentrace kyseliny sírové byla nižší než 50 % hmotnostních.