

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48 650

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.VII.1962 (P 99 267)

Pierwszeństwo: _____

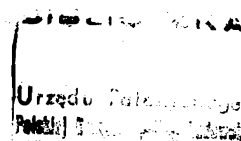
Opublikowano: 20.XI.1964

Kl. 12 q, 15/01

MKP C 07 c

79/28

UKD



Współtwórcy wynalazku: Hanna Proskurnicka, Tadeusz Bartczak

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania 4,6-dwunitroortokrezolu

1

Spośród wielu znanych sposobów wytwarzania 4,6-dwunitroortokrezolu znaczenie przemysłowe znalazły jedynie sposoby polegające na sulfonowaniu ortokrezolu i następnym nitrowaniu sulfonowego związku bez jego wyodrębnienia. Jednak znane dotychczas i proponowane warunki sulfonowania posiadają szereg niedogodności, szczególnie uciążliwych przy przemysłowym otrzymywaniu dwunitroortokrezolu.

Sulfonowanie ortokrezolu według opisanych w literaturze sposobów prowadzi się przez działanie na stopiony ortokrezol kwasem siarkowym. Sposób ten jest podyktowany głównie bardzo niekorzystnym stanem skupienia ortokrezolu (temperatura krzepnięcia czystego związku wynosi 31°C) i w związku z tym trudniejszym dozowaniem krezolu niż kwasu siarkowego. Sulfonowanie ortokrezolu przy jego dozowaniu do kwasu siarkowego jest jednak korzystniejsze niż dozowanie kwasu siarkowego do ortokrezolu, gdyż ilość doprowadzonego do reakcji ortokrezolu jest wówczas mniejsza aniżeli ilość stosowanego w nadmiarze kwasu siarkowego, a w związku z tym urządzenie dozujące może być mniejsze a tym samym tańsze. Ponadto przy dozowaniu ortokrezolu do kwasu siarkowego stężenie początkowe kwasu siarkowego w reaktorze jest duże i reakcja przebiega z dużą szybkością nawet w temperaturze pokojowej. Następnie stężenie kwasu siarkowego maleje lecz jednocześnie następuje samorzutny wzrost temperatury, co umo-

2

żliwia skrócenie procesu sulfonowania. Równocześnie przez odpowiednie dawkowanie ortokrezolu do kwasu siarkowego istnieje możliwość regulowania temperatury reakcji bez zastosowania specjalnego urządzenia do ogrzewania lub chłodzenia. Dozowanie ortokrezolu w stanie stopionym jest jednak kosztowne i nastęrcza dużo kłopotów na skutek trudności technicznych przy transporcie do zbiorników podawczych, odmierzaniu i podobnych operacjach, gdyż ortokrezol wykryształizowuje łatwo w przewodach i zaworach. Aby temu zapobiec konieczne jest stosowanie skomplikowanych i kosztownych urządzeń grzejnych.

Te niedogodności usuwa sposób według wynalazku. Polega on na tym, że do kwasu siarkowego wprowadza się ortokrezol uprzednio zmieszany z wodą w ilości około 6%. Shomogenizowany z wodą ortokrezol stanowi ciecz o temperaturze krzepnięcia poniżej 15°C. Może ona być wygodnie transportowana, odmierzana, dozowana bez obawy wykryształizowania w przewodach i zaworach.

Sulfonowanie do dwusulfoortokrezolu prowadzi się przez dozowanie shomogenizowanego z wodą ortokrezolu do stężonego kwasu siarkowego, użytego w nadmiarze. Stosowanie ortokrezolu shomogenizowanego z wodą posiada ponadto duże znaczenie techniczne przy prowadzeniu procesu sulfonowania w sposób ciągły, gdzie istnieje konieczność równoczesnego dozowania obu surowców.

Po zakończeniu w podwyższonej temperaturze reakcji sulfonowania otrzymaną mieszaninę nitruje się w znany sposób kwasem azotowym w celu otrzymania 4,6-dwunitroortokrezolu.

Przykład. 53 kg shomogenizowanego z wodą ortokrezolu przygotowanego przez zmieszanie 50 kg czystego ortokrezolu z 3 kg wody dozuje się przy silnym mieszaniu do 108 kg 96%-owego kwasu siarkowego, pozwalając na wzrost temperatury, spowodowany egzotermicznością reakcji, od temperatury pokojowej do 70°C. Po zakończeniu dozowania masę reakcyjną miesza się jeszcze przez około 15—30 minut i ogrzewa w temperaturze 80—90°C, a następnie nitruje.

Nitrację przeprowadza się przez dozowanie zulfonowanej masy do 335 kg około 25%-wego kwasu azotowego. Dodawanie tej masy rozpoczyna się po uprzednim doprowadzeniu temperatury kwasu azo-

towego do 65°C. Przez cały czas dozowania a następnie jeszcze przez 15 minut utrzymuje się temperaturę 65 do 68°C stosując energiczne mieszanie. Następnie mieszaninę reakcyjną oziębia się do temperatury pokojowej. Otrzymany krystaliczny 4,6-dwunitroortokrezol oddziela się na filtrze i przemywa kilka razy wodą. Temperatura topnienia tak otrzymanego produktu wynosi 86°C.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania 4,6-dwunitroortokrezolu przez sulfonowanie ortokrezolu i następnie nitrowanie produktu sulfonowania, znamienny tym, że sulfonowanie prowadzi się przez dozowanie do kwasu siarkowego ortokrezolu, uprzednio zmieszanego z wodą w ilości około 6%, po czym produkt sulfonowania nitruje się w znany sposób.