



УКРАЇНА

(19) UA (11) 39923 (13) C2

(51) 7 C07C205/20

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ П- НІТРОФЕНОЛУ

(21) 94005186

(22) 18.04.1994

(24) 16.07.2001

(31) 9306325

(32) 26.05.1993

(33) FR

(46) 16.07.2001, Бюл. № 6, 2001 р.

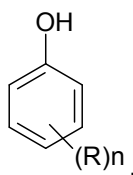
(72) Бернард Лоран, FR, Метів'є Паскаль, FR

(73) РОН-ПУЛЕНК ШИМІ, FR

(56) Патент США № 3517075, кл. C01C205/20, 205/21, 205/26, 1973

(57) 1. Способ получения п-нитрофенола путем реакции фенольного соединения с агентом нитрозирования в присутствии серной кислоты с последующим окислением, осаждением и выделением п-нитрофенола, **отличающийся** тем, что на первой стадии осуществляют нитрозирование при концентрации серной кислоты по меньшей мере 60%, а на второй стадии, реакции окисления, при концентрации серной кислоты, сохраняющейся до конца реакции, самое большее 80 %.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что фенольное соединение соответствует общей формуле (I):



(I)

где:

R представляет атом водорода; алкильный или алкоксильный радикал, имеющий 1-4 атома углерода; перфорированный алкильный радикал, имеющий 1-4 атома углерода; атом галогена, предпочтительно хлора, брома или фтора;

n является числом, равным 0,1 или 2.

3. Способ по любому из пп. 1 или 2, **отличающийся** тем, что в качестве фенольного соединения используют фенол.

4. Способ по любому из пп. 1-3, **отличающийся** тем, что концентрацию серной кислоты на стадии нитрозирования поддерживают в пределах 60-90%, предпочтительно, в пределах 70-80%.

5. Способ по любому из пп. 1-4, **отличающийся** тем, что агентом нитрозирования является любой источник NO^+ , предпочтительно, оксид азота NO ,

связанный с окислителем, диоксид азота NO_2 , азотистый ангидрид N_2O_3 , пероксид азота N_2O_4 , азотистая кислота, сульфат нитрозогруппы или соль азотистой кислоты, предпочтительно, соль щелочного металла, предпочтительно натрия.

6. Способ по любому из пп. 1-5, **отличающийся** тем, что количество используемого агента нитрозирования равно, по меньшей мере, стехиометрическому количеству, но, предпочтительно, чтобы оно составляло 500% стехиометрического количества и еще более предпочтительно, чтобы оно находилось в пределах 150-300%.

7. Способ по любому из пп. 1-5, **отличающийся** тем, что концентрация фенольного субстрата в реакционной среде соответствует массовой доле 2-20 %.

8. Способ по любому из пп. 1-7, **отличающийся** тем, что концентрацию серной кислоты на стадии окисления поддерживают в пределах 50-80%, предпочтительно в пределах 65-75%.

9. Способ по любому из пп. 1-8, **отличающийся** тем, что используют водный раствор азотной кислоты или, предпочтительно, пероксид азота.

10. Способ по любому из пп. 1-9, **отличающийся** тем, что концентрация водного раствора азотной кислоты составляет массовую долю 30-100%, предпочтительно, 60-100%.

11. Способ по любому из пп. 1-10, **отличающийся** тем, что количество азотной кислоты, выраженное молярным соотношением фенола и азотной кислоты, изменяют в пределах 0,9-1,2, предпочтительно, в пределах 0,95-1,05.

12. Способ по любому из пп. 1-11, **отличающийся** тем, что температуру поддерживают в пределах 0-40°C, предпочтительно, в пределах 10-30°C.

13. Способ по любому из пп. 1-12, **отличающийся** тем, что на стадии нитрозирования фенола сначала вводят раствор серной кислоты, а затем одновременно добавляют фенол и агент нитрозирования; или же вводят раствор серной кислоты и агент нитрозирования, после чего добавляют фенол, или же одновременно добавляют в нижнюю часть бака реактора с одной стороны фенол, а с другой стороны - серную кислоту и агент нитрозирования.

14. Способ по любому из пп. 1-13, **отличающийся** тем, что на последующей стадии окисления в реакционную среду азотную кислоту вводят вливанием за один раз или же постепенно порциями, или же непрерывно.

(13) C2

(11) 39923

(19) UA

15. Способ по любому из пп. 1-14, **отличающийся** тем, что азотную кислоту добавляют вначале, предпочтительно, одновременно с добавлением фенола.

16. Способ по любому из пп. 1-15, **отличающийся** тем, что азотную кислоту получают "in situ" из пероксида азота, который нагревают до температуры в пределах 20-40°C.

Настоящее изобретение относится к способу приготовления нитрофенолов. В частности, оно относится к приготовлению р-нитрофенола.

Известны многие способы приготовления р-нитрофенола.

В частности, в патенте США № 3517075 описан способ приготовления р-нитрофенола путем окисления р-нитрозофенола. На первой стадии сначала приготавливают р-нитрозофенол, для чего фенол подвергают нитрозированию при помощи азотистой кислоты в присутствии серной кислоты, а затем, на второй стадии, р-нитрозофенол окисляют до получения р-нитрофенола. Основным недостатком такого способа является выпадение р-нитрозофенола в осадок. А этот последний является неустойчивым соединением, которое представляет большую опасность теплового взрыва.

Настоящее изобретение имеет целью приготовление р-нитрофенола в соответствии со способом, при осуществлении которого устраняется указанная выше проблема безопасности.

Если говорить более точно, то целью настоящего изобретения является создание способа приготовления р-нитрофенола путем нитроирования фенола в присутствии серной кислоты с последующим окислением р-нитрозофенола при помощи азотной кислоты, характеризующегося тем, что на первой стадии нитроирования концентрация серной кислоты составляет по меньшей мере 60%, а на второй стадии, в конце реакции окисления, концентрация серной кислоты составляет самое большее 80%, что позволяет осаждать р-нитрофенол, который затем отделяется.

Благодаря регулированию концентрации серной кислоты во время осуществления двух стадий нитроирования и окисления, предлагаемый изобретением способ позволяет:

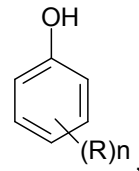
- с одной стороны, нейтрализовать проблему взрывоопасности р-нитрозофенола, так как при выбранной на первой стадии концентрации серной кислоты, превышающей 60%, р-нитрозофенол является растворимым;

- с другой стороны, извлекать осажденный р-нитрофенол в конце стадии окисления, поскольку концентрация серной кислоты составляет менее 80%; при более высоких концентрациях р-нитрофенол становится растворимым.

Автор настоящего изобретения совершенно удивительным образом установил, что р-нитрозофенол является растворимым в условиях, которые определяются изобретением.

Для осуществления изобретения может применяться, в частности, фенол, а также любое ароматическое соединение, содержащее группу OH, положение которой в группировке является свободным.

Из гидроксированных ароматических соединений для осуществления изобретения могут применяться, в частности, любые соединения, которые соответствуют общей формуле (I):



(I)

где:

- R представляет атом водорода; алкильный или алкоксильный радикал, имеющий 1-4 атома углерода, предпочтительно, метильный или этильный; перфторированный алкильный радикал, имеющий 1-4 атома углерода; атом галогена, предпочтительно, хлора, брома или фтора,

- n является числом, равным 0, 1 или 2.

Настоящее изобретение не исключает присутствия других заместителей на ароматическом кольце, соразмерно с их невмешательством в реакции предлагаемого изобретением способа. В частности, возможно присутствие функциональных групп или атомов галогена в алкильных цепях, находящихся на бензольном ядре, в каком бы месте эти алкильные цепи ни прерывались таким гетероатомом, как кислород, азот или сера.

В приведенном ниже описании настоящего изобретения термин "фенол" используется как родовое понятие. Он обозначает как фенол, так и все гидроксированные ароматические соединения, называемые фенольными, в частности, те, которые соответствуют формуле (I).

В соответствии с предлагаемым изобретением способом, на первой стадии осуществляют нитрозирование фенола в присутствии серной кислоты.

Как указывалось выше, количество используемой серной кислоты является особенно важным.

Концентрация серной кислоты в реакционной среде, выраженная соотношением массовых долей серной кислоты и серной кислоты плюс вода, составляет, по меньшей мере, массовую долю 60%.

Концентрация серной кислоты находится, преимущественно, в пределах 60-100%. Предпочтительно, концентрацию выбирают в пределах 70-80%.

Присутствие воды на стадии нитроирования не вызывает затруднений, если ее содержание является таким, что соблюдается концентрация серной кислоты.

Реагентом нитроирования является любой источник NO⁺. Следовательно, можно использовать диоксид азота NO₂, азотистый ангидрид N₂O₃, пероксид азота N₂O₄, оксид азота NO, связанный с таким окислителем, как, например, азотная кислота, диоксид азота или кислород. В случае, если в условиях реакции реагент нитроирования находится в газообразном состоянии, то в среду его вводят путем пропускания через нее пузырьков.

В равной степени можно использовать азотистую кислоту, сульфат нитрозогруппы или сернокислого нитрозила или соль азотистой кислоты, предпочтительно, соль щелочного металла, а еще более предпочтительно - натрий.

Количество используемого реагента нитрозирования может изменяться в широких пределах. Поскольку это количество выражается молярным соотношением фенола и реагента нитрозиования, определяемым в NO^+ , то оно, по меньшей мере, равно стехиометрическому количеству, но лучше, чтобы количество используемого реагента составляло 500% стехиометрического количества, и предпочтительно, находилось в пределах 150-300%.

Фенол, обычно, вводится в жидком виде. Следовательно, его можно вводить в расплавленном состоянии или в виде смеси с водой. В этом последнем случае хорошо подходят смеси, содержащие 60-90% фенола. Необходимо следить за тем, чтобы содержание воды в реакционной среде было достаточным для обеспечения нужной концентрации серной кислоты.

На следующей стадии осуществляют окисление р-нитрозофенола при помощи азотной кислоты.

Можно также использовать такой предшественник азотной кислоты, как, например, пероксид азота.

Используют водный раствор азотной кислоты, инертная концентрация которой может изменяться в пределах 30-100%. Однако предпочтительной концентрацией является концентрация в пределах 60-100%.

Количество азотной кислоты, выраженное молярным соотношением фенола и азотной кислоты, обычно, находится в пределах 0,9-1,2, предпочтительно, в пределах 0,95-1,05.

Как указывалось выше, на этой стадии количество используемой серной кислоты должно регулироваться особенно тщательно.

Концентрация серной кислоты является меньшей или равной 80%. Нижний предел не играет никакой важной роли. Он, преимущественно, составляет 50-80% и, предпочтительно, 65-75%.

Во время реакции нитрозиования может наблюдаться образование воды. При реакции окисления может быть необходимым добавление воды, с тем чтобы достичь указанных выше концентраций серной кислоты. Чаще всего воду добавляют одновременно с азотной кислотой.

Предлагаемый изобретением способ, в основном, осуществляется при температуре в пределах 0-40°C, предпочтительно, в пределах 10-30°C.

Предлагаемый изобретением способ, обычно, осуществляется при атмосферном давлении, но его можно осуществлять и при незначительно пониженном давлении в пределах, например, 500-760 мм рт. ст. (66500-101080 Па) или в условиях повышенного давления, равного, например, 5 бар*.

В соответствии с предпочтительным вариантом предлагаемого изобретением способа, стадию нитрозиования осуществляют в контролируемой среде инертных газов. Можно использовать среду

редких газов, предпочтительно, аргоновую среду, но более экономным является использование азотной среды.

С практической точки зрения, предлагаемый изобретением способ является легко осуществимым, поскольку нет необходимости в использовании специфического оборудования.

Практически, предлагаемый изобретением способ может осуществляться так, как описано ниже.

Различные компоненты реакционной смеси помещают в выбранное оборудование.

Может быть предусмотрено несколько методов осуществления изобретения.

Первый вариант заключается в том, что сначала вводят раствор серной кислоты, а затем одновременно добавляют фенол и реагент нитрозиования.

В соответствии с другим вариантом вводят раствор серной кислоты и реагент нитрозиования, а затем добавляют фенол, предпочтительно, порциями или путем непрерывного вливания.

Еще один вариант заключается в том, что в нижнюю часть бака реактора одновременно вводят, с одной стороны, фенол, а с другой стороны, - серную кислоту и реагент нитрозиования.

После введения реагентов в реакцию температуру реакционной смеси поддерживают в указанных выше пределах. Уместным является, по видимому, охлаждение реакционной смеси.

На следующей стадии окисления в реакционную среду, содержащую р-нитрозофенол, вводят азотную кислоту. Эту кислоту можно вливать за один раз, постепенно, порциями, или же непрерывно. Азотную кислоту можно вводить также вначале, например, одновременно с добавлением фенола.

Температуру реакционной смеси поддерживают в указанных выше пределах.

В соответствии с еще одним вариантом осуществления изобретения, можно получать азотную кислоту "in situ" из пероксида азота, который одновременно используется в качестве реагента нитрозиования на первой стадии и в качестве предшественника азотной кислоты - на второй стадии. С этой целью, вводимый в начале и на второй стадии пероксид азота подогревается до температуры в пределах 20-40°C.

Выпадение р-нитрофенола в осадок происходит в соответствии с концентрацией серной кислоты в реакционной смеси.

Полученный осадок отделяется в соответствии с хорошо известными методами отделения твердых веществ от жидкостей, предпочтительно, путем фильтрации.

Полученный осадок промывают, предпочтительно, при помощи раствора серной кислоты, концентрация которой соответствует концентрации, определенной на стадии окисления.

Чтобы удалить из осадка примеси, можно промыть его еще и водой.

Собираемые после каждого отделения твердых веществ маточные растворы могут быть возвращены в цикл. Они содержат большое количество реагента нитрозиования, поскольку этот последний во время окисления восстанавливается.

* 1 бар = 10^5 Па (Примечание пер.)

Предлагаемый изобретением способ позволяет получать, в основном, р-нитрофенол, поскольку количество о-нитрофенола, обычно, меньше 5%.

Кроме того, в соответствии с предлагаемым изобретением способом, по сравнению с полученными в качестве примесей о-нитрофенолом и динитрофенолами, в осадок выпадает, преимущественно, р-нитрофенол.

Предлагаемый изобретением способ позволяет получать р-нитрофенольное соединение и, в частности, р-нитрофенол, который может использоваться в качестве промежуточного продукта для приготовления N-ацетил-р-аминофенола, получаемого путем восстановления р-нитрофенола с последующим ацетилированием полученного р-аминофенола.

Эти химические процессы известны, с ними можно ознакомиться, например, в третьем издании работы Кирка-Отмера (Kirk-Othmer) "Encyclopedia of Chemical Technology 2".

Восстановление р-нитрофенола осуществляется при помощи хорошо известного метода путем введения благородного металла, предпочтительно, платины или палладия, в контакт с водородом в присутствии катализатора гидрогенизации. Указанный металл может осаждаться на подложку: уголь, ацетиленовую сажу, кремниевый ангидрид, гидрооксид алюминия и т.д.

Выполняемое известным способом ацетилирование осуществляется, предпочтительно, при помощи уксусного ангидрида.

Приведенные ниже примеры иллюстрируют изобретение, не ограничивая его объем.

$$TT = \frac{\text{количество преобразованных молей фенола}}{\text{количество выведенных молей фенола}} \cdot 100\%$$

$$RT = \frac{\text{количество образовавшихся молей нитрофенола}}{\text{количество преобразованных молей фенола}} \cdot 100\%$$

Примеры

Пример 1.

В реактор вместимостью 1 литр, который имеет двойную оболочку и оснащен механической мешалкой и датчиком температуры, вводят 500 мл водного раствора серной кислоты, концентрация, которой составляет массовую долю 80%, и добавляют 97,4 г водного раствора NaNO_2 , концентрация которого составляет 42,5% (или 0,6 моль NaNO_2).

Охлаждают реакционную смесь до 10°C и, поддерживая эту температуру, вливают в течение 40 минут 33,7 г водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80% (или 0,286 моль фенола).

Затем в течение 5 минут температуру реакционной смеси поддерживают на уровне 10°C , после чего при этой температуре в течение 10 минут вливают 30,1 г водного раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет массовую долю 67% (0,32 моль).

Реакционная смесь становится гетерогенной.

Температуру реакционной смеси поддерживают на уровне 10°C , затем ее фильтруют.

Полученный после фильтрации осадок промывают два раза в 50 г водного раствора серной

кислоты, концентрация которой составляет 70%, а затем в воде и сушат в вакууме, создаваемом водоструйным насосом.

Таким образом, извлекают 32,94 г светлого серого вещества, содержащего 95,2% р-нитрофенола.

Фильтрат, а также промывные воды извлекаются и подвергаются количественному анализу при помощи высококачественной хроматографии.

В результате реакции были получены следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{р-нитрофенол}} = 92\%$
- $RT_{\text{о-нитрофенол}} = 0,6\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 0,93\%$

Пример 2.

В реактор вместимостью 250 мл, оснащенный механической мешалкой и системой регулирования температуры, вводят 100 мл (173 г) водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 80%.

Добавляют 13 мл (15,3 г) водного раствора нитрита натрия, концентрация которого составляет 27% (0,06 моль NaNO_2).

Температуру реакционной среды доводят до 10°C .

Затем в течение 40 минут вливают 6,7 мл водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80% (0,0605 моль фенола), поддерживая при этом температуру на уровне 10°C .

Через 2 минуты после начала вливания фенола, одновременно с ним, в течение 38 минут вливают 6,9 мл водного раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет 40% (0,550 моль азотной кислоты).

Реакционная среда становится гетерогенной.

В течение 5 минут температуру реакционной среды поддерживают на уровне 10°C , а затем фильтруют в охлажденном виде.

Полученный после фильтрации осадок промывают два раза в 30 мл водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 70%, а затем три раза в воде (30 мл) и сушат в вакууме.

Таким образом, получают 5,54 г твердого вещества, содержащего 95% р-нитрофенола.

Фильтрат и промывные воды собираются и подвергаются количественному анализу.

В результате реакции были получены следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{р-нитрофенол}} = 83,6\%$
- $RT_{\text{о-нитрофенол}} = 6,7\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 0,7\%$
- $RT_{\text{р-нитрозофенол}} = 6,8\%$

Пример 3.

Условия протекания реакции строго идентичны условиям, описанным в примере 2, за исключением того, что на протяжении всех испытаний температура поддерживается на уровне 26°C .

Получены следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{р-нитрофенол}} = 65,5\%$
- $RT_{\text{о-нитрофенол}} = 5,4\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 1,3\%$
- $RT_{\text{р-нитрозофенол}} = 12,0\%$

Пример 4.

В нижнюю часть реактора вместимостью 250 мл, который имеет двойную оболочку и оснащен механической мешалкой, вводят 100 мл водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 80%, и добавляют 19,5 г водного раствора нитрита натрия, концентрация которого составляет 42,5% (0,12 моль NaNO_2).

Затем в течение 40 минут вливают 7,07 г водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80% (0,0602 моль), поддерживая при этом температуру на уровне 25°C.

Указанную выше температуру поддерживают в течение 5 минут, затем в течение 15 минут вливают 5,44 г водного раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет 67% (0,058 моль).

Температуру смеси поддерживают на уровне 25°C в течение 5 минут.

Твердая и жидкая фазы реакционной среды являются гетерогенными.

Количественный анализ различных фаз при помощи высококачественной жидкостной хроматографии позволил получить следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{p-нитрофенол}} = 89,5\%$
- $RT_{\text{o-нитрофенол}} = 0,75\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 2,05\%$

Пример 5.

Условия идентичны условиям, описанным в примере 4, за исключением того, что температура поддерживается на уровне 10°C.

Азотную кислоту вводят два раза.

До вливания фенола в нижнюю часть реактора к серной кислоте и нитрату натрия добавляют 0,7 г азотной кислоты (0,0074 моль) и 5,6 г азотной кислоты (0,0595 моль) вводят после вливания фенола.

Конечная реакционная среда является гетерогенной.

После количественного анализа фаз среда фильтруется.

Были получены следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{p-нитрофенол}} = 91,1\%$
- $RT_{\text{o-нитрофенол}} = 1,5\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 0,8\%$

Пример 6.

В реактор вместимостью 1 литр, который имеет двойную оболочку и оснащен механической мешалкой, вводят 904 г водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 70%, и 18,5 г раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет 68% (0,2 моль HNO_3).

В перемешиваемую жидкую смесь вводят 13 г оксида азота NO в газообразном состоянии (0,43 моль).

Доводят температуру этой реакционной смеси до 10°C, а затем добавляют в течение 40 минут 35,2 г водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80%, поддерживая при этом температуру на уровне 10°C, после этого реакционную смесь выдерживают при этой температуре в течение 5 минут, после чего в течение 15 минут в реакционную среду вливают 28,2 г (0,3 моль) водного раствора азотной кислоты,

концентрация которой составляет 68%, и поддерживают температуру на уровне 10°C в течение 5 минут.

Затем реакционную смесь подвергают фильтрации.

Получают 15,8 г темно-красного твердого вещества. Это вещество, вместе с оставшимися маточными растворами, подвергается количественному анализу при помощи высококачественной жидкостной хроматографии.

В результате реакции были получены следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{p-нитрофенол}} = 61\%$
- $RT_{\text{o-нитрофенол}} = 4,6\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 8,8\%$

Пример 7.

В нижнюю часть реактора с двойной оболочкой, оснащенного механической мешалкой, вводят 440,5 г водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 69%, и 40,5 г кислого сульфата нитрозогруппы NO, OSO_3H (0,3 моль).

Реакционную смесь охлаждают до 10°C и вливают в нее в течение 40 минут 17,7 г водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80% (0,15 моль), поддерживая при этом температуру на уровне 10°C.

В течение 5 минут температуру реакционной смеси поддерживают на указанном выше уровне, а затем в эту смесь в течение 15 минут вливают 13,9 г водного раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет 68% (0,15 моль), продолжая поддерживать температуру на уровне 10°C.

После этого реакционную смесь фильтруют, полученный осадок промывают два раза в 30 мл водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 70%, а затем три раза в 30 мл воды, и высушивают полученный продукт в вакууме. Получают 18 г осадка светло-желтого цвета, состоящего в основном из p-нитрофенола.

Количественный анализ фаз позволил получить следующие результаты:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{p-нитрофенол}} = 88\%$
- $RT_{\text{o-нитрофенол}} = 1,1\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 1,75\%$

Пример 8.

В нижнюю часть реактора с двойной оболочкой, оснащенного механической мешалкой, вводят 440 г водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 70%, и 40,5 г кислого сульфата нитрозогруппы (0,3 моль). В течение 10 минут вливают 17,7 г водного раствора фенола, концентрация которого составляет 80% (0,15 моль), поддерживая при этом температуру на уровне 25°C, после чего в течение 5 минут эту температуру поддерживают на указанном уровне, а затем в течение 15 минут добавляют 14,5 г водного раствора азотной кислоты, концентрация которой составляет 68% (0,156 моль), поддерживая при этом температуру на уровне 25°C.

Эту температуру поддерживают в течение 5 минут, после чего реакционную смесь подвергают фильтрации.

Полученный осадок промывают два раза в 30 мл водного раствора серной кислоты, концентрация которой составляет 70%, после чего этот остаток промывают три раза в 30 мл воды.

Получают 12,1 г твердого вещества серого цвета, которое содержит 98% р-нитрофенола.

Различные фазы подвергаются количественному анализу при помощи высококачественной

жидкостной хроматографии, и полученные результаты имеют следующий вид:

- $TT_{\text{фенол}} = 100\%$
- $RT_{\text{р-нитрофенол}} = 90\%$
- $RT_{\text{о-нитрофенол}} = 0,2\%$
- $RT_{\text{динитрофенолы}} = 3,38\%$

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60x84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
