

P Ô V O D N É O Z N Á M E N I A**Súbežná príprava 4,6-dinitro-3-metylfenolu
a 2,4-dinitro-3-metylfenolu**

I. PASTOREK

*Výskumný ústav agrochemickej technológie,
Bratislava**Venované prof. inž. Mikulášovi Furdíkovi k 60. narodeninám*

Zistilo sa, že nitráciou 4-nitro-3-metylfenolu vzniká popri 4,6-dinitro-3-metylfenole aj 2,4-dinitro-3-metylfenol. Vypracoval sa postup prípravy a spôsob izolácie oboidvoch izomérov.

Spôsob prípravy 2,4-dinitro-3-metylfenolu nitráciou 4-nitro-3-metylfenolu ako prví opísali I. R. Gibbs a P. W. Robertson [1]. Neskôr S. M. Sane a S. S. Joshi [2] zistili, že autori [1] izolovali 4,6-dinitro-3-metylfenol (*I*) a nie 2,4-dinitro-3-metylfenol (*II*).

Prípravu látky *I* opísali viacerí autori [1, 4—7], kým látku *II* v skutočnosti pripravil iba R. B. Drew [3], a to cez 2-hydroxy-4-metyl-3,5-dinitrobenzén-diazóniumchlorid.

Nám sa podarilo izolovať zo zmesi, ktorú sme získali nitráciou 4-nitro-3-metylfenolu, oboidva izoméry. Pri ich príprave sme postupovali v zásade podľa postupu nedostatočne opísaného v práci [1].

Oboidva izoméry *I* a *II* sa navzájom značne líšia rozpustnosťou v organických rozpúšťadlách, čo sme spolu s odlišným bodom topenia využili na ich oddelenie. Látka *I* je už za studena dobre rozpustná v benzéne a má b. t. 74 °C, kým látka *II* je dobre rozpustná len vo vriacom benzéne a veľmi málo v studenom benzéne. Bod topenia má 133 °C.

Pri pokusoch pripraviť izomér *I* a *II* priamou nitráciou *m*-krezolu nedosiahli sme požadované výsledky. Vznikal ešte tretí izomér, a to 2,6-dinitro-3-metylfenol a navyše aj tmavohnedá látka, ktorá sťažovala oddelenie jednotlivých izomérov.

Experimentálna časť

Do trojhrdlej banky sme vniesli 30,6 g 4-nitro-3-metylfenolu (0,2 mólu) o b. t. 128 °C a 120 ml ľadovej kyseliny octovej. Zmes sme zahrievali na 25 °C a pri 25—30 °C sme v priebehu pol hodiny prikvapkávali 14,0 g dymivej kyseliny dusičnej (0,22 mólu) o $d_{20}^{20} = 1,50$. Potom sme reakčnú zmes dve hodiny miešali pri 30—40 °C a rozpúšťadlo sme oddestilovali za zníženého tlaku a pri maximálnej teplote 70 °C. Získali sme 39,7 g červenej olejovitej látky (teoretický výťažok 39,62 g), ktorá obsahovala najmä *I* a *II*.

Izolácia jednotlivých izomérov

Získanú zmes *I* a *II* sme rozpustili v 90 ml benzénu za varu. Roztok sme za horúca prefiltrovali a ochladili na 15 °C. Z roztoku vykryštalizovalo 13,65 g žltohnedej kryštalickej látky o b. t. 128–132 °C, ktorá prekryštalizovaním zo 70 ml benzénu poskytla 11,6 g *II* o b. t. 132–133 °C. Z filtrátu po prvej kryštalizácii sme úplne oddestilovali rozpúšťadlo, zvyšok sme pri 25 °C rozpustili v 50 ml metanolu a do roztoku sme pridali 25 ml vody. Ochladením na 15 °C sme získali 16,0 g jemne kryštalického *I* s b. t. 70 až 73 °C. Z kryštalizačného roztoku sme kryštalizáciou dostali ešte 1,7 g *II* a 2,2 g *I*. Celkovo sme teda získali 13,2 g produktu *II*, čo zodpovedá 33,6 % výťažku, a 18,2 g produktu *I*, čo zodpovedá 46 % výťažku, počítané na východiskový 4-nitro-3-metylfenol.

ПАРАЛЛЕЛЬНОЕ ПОЛУЧЕНИЕ 4,6-ДИНИТРО-3-МЕТИЛФЕНОЛА
И 2,4-ДИНИТРО-3-МЕТИЛФЕНОЛА

И. Пасторек

Научно-исследовательский институт агрохимической технологии,
Братислава

Определено, что нитрованием 4-нитро-3-метилфенола образуется возле 4,6-динитро-3-метилфенола также 2,4-динитро-3-метилфенол. На основании этого сведения был разработан метод получения и простой способ разделения обеих изомеров на основании их различной растворимости в бензоле.

*Preložil M. Fedoroňko*GLEICHLAUFENDE HERSTELLUNG VON 4,6-DINITRO-3-METHYLPHENOL
UND 2,4-DINITRO-3-METHYLPHENOL

I. Pastorek

Forschungsinstitut für agrochemische Technologie,
Bratislava

Es wurde festgestellt, daß sich durch Nitrierung von 4-Nitro-3-methylphenol neben 4,6-Dinitro-3-methylphenol gleichlaufend auch 2,4-Dinitro-3-methylphenol bildet. Auf der Grundlage dieser Erkenntnis wurde ein Herstellungsverfahren und eine einfache Methode der Trennung dieser beiden Isomeren auf der Basis deren unterschiedlichen Löslichkeit in Benzol ausgearbeitet.

Preložil K. Ullrich

LITERATÚRA

1. Gibbs I. R., Robertson P. W., *J. Chem. Soc.* **105**, 1889 (1914).
2. Sane S. M., Joshi S. S., *J. Indian Chem. Soc.* **5**, 299 (1928).
3. Drew R. B., *J. Chem. Soc.* **117**, 1618 (1920).
4. Will W., *Chem. Ber.* **47**, 710 (1914).
5. Borsche W., *Chem. Ber.* **50**, 1350 (1917).
6. Šorigin P. P., Topčiev A. V., Avanine V. A., *Ž. obšč. chim.* **8**, 986 (1938); *Chem. Abstr.* **33**, 3781 (1939).
7. Kiprianov A. I., Žmurova I. N., *Dokl. Akad. nauk SSSR* **85**, 789 (1952).

Do redakcie došlo 2. 1. 1964

V revidovanej podobe 31. 8. 1964