

Verfahren zur Herstellung von Mononitrotoluol  
aus Toluol.

Das in der Erdölaufarbeitung sowie auch das im Kokereibetrieb anfallende Toluol enthält meist Kohlenwasserstoffe in kleiner Menge, die sich durch Destillation vom Toluol praktisch nicht mehr abtrennen lassen. Eine Abtrennung durch Extraktion erfordert grossen technischen Aufwand und versagt unter Umständen. Eine Aufarbeitung von Toluol der angegebenen Zusammensetzung zu Mononitrotoluol, die bisher einzig mit Nitriersäure durchgeführt wurde, ist nun technisch nicht durchführbar, da hierbei die Bildung von Tetranitromethan in solchen Mengen erfolgt, daß Explosionen eintreten können.

Auf Grund des oben erwähnten Verhaltens wird für die Gewinnung von Mononitrotoluol durch Behandlung mit Nitriersäure nur reinstes Toluol verwendet. Das Vorkommen geeigneter, technischer Toluolquellen ist daher beschränkt. Die Nitrierung wird durchweg diskontinuierlich bei ca. 40° durchgeführt, wofür eine Reaktionszeit von 8 Stunden benötigt wird. Eine Abkürzung der Reaktionsdauer durch Temperaturerhöhung auf beispielsweise 100°, die eine starke Steigerung des Durchsatzes bringen würde, ist nicht angängig. Es bilden sich hierbei, erkenntlich an der Braunfärbung, Zersetzungsprodukte. Auch wenn deren Bildung ausgeschlossen werden könnte, so ist eine derartige Arbeitsweise aus dem Grund nicht möglich, weil gleichzeitig eine Bildung von Sulfonsäuren, wie auch von Tetranitromethan eintreten würde.

Es wurde nun die überraschende Feststellung gemacht, daß Mononitrotoluol unmittelbar aus Toluol mit 3 - 5 %

verunreinigenden Kohlenwasserstoffen, wie es beispielsweise aus den Benzinen der Schwelbetriebe oder Kokereibetriebe, die mit Innenabsaugung arbeiten, anfällt, in technischem Maßstabe gewonnen werden kann, wenn dieses im Gegenstrom mit rauchender Salpetersäure von der Dichte 1,47 bis 1,51, entsprechend einer Konzentration von rund 83 - 96 %, bei Temperaturen von 50 - 150° vorzugsweise bei ca. 100°, behandelt wird. Auch bei langem Arbeiten konnte die Herstellung des Nitroprodukts ohne jede Störung durch Tetranitromethanbildung und deren bösartige Folgen durchgeführt werden. Das erhaltene Produkt wird in bekannter Weise aufgearbeitet und kann alsdann unmittelbar einer weiteren Nitrierung zugeführt werden.

Durch das erfinderische Verfahren sind wesentliche Vorteile gegeben. Es gelingt mit seiner Anwendung, die großen Mengen an Toluol, die in bisher für die Toluolgewinnung, technisch nicht zugänglichen Quellen, anfallen, für die Gewinnung von Mononitrotoluol nutzbar zu machen. Hierbei wird die Herstellung nur mit der für diesen Zweck bisher allein noch nicht verwandten Salpetersäure durchgeführt, wodurch eine wesentliche Ersparnis durch Fortfall der teuren, konzentrierten Schwefelsäure erzielt wird. Die technische Durchführung ist besonders einfach und die Raumzeitausbeute hoch.

Das erfinderische Verfahren wird durch die nachstehenden Beispiele erläutert.

#### Ausführungsbeispiel 1

Durch ein senkrecht stehendes Glasrohr von 40 mm lichter Weite, das zur Hälfte mit Füllkörpern angefüllt sein kann und mit drei an der Seite angebrachten Glashähnen zur

Abnahme von verbrauchter Salpetersäure und Reaktionsprodukt ausgestattet ist, werden stündlich von oben 500 cm<sup>3</sup> Salpetersäure (D<sub>20</sub> 1,49) und vom Boden her 1000 cm<sup>3</sup> Toluol (D<sub>20</sub> 0,860, Gehalt an Iso-C<sub>8</sub>-Kohl<sup>en</sup>wasserstoffen ca. 5 %) bei einer Temperatur von 95° zur Reaktion gebracht. Das Reaktionsprodukt wird im Maße der Zuführung neuen Ausgangsmaterials abgezogen. Es besitzt eine Dichte von 1,131 und enthält ca. 90 Gew.-% Mononitrotoluol.

#### Ausführungsbispiel 2

Werden durch die angegebene Apparatur 375 cm<sup>3</sup> Salpetersäure (D<sub>20</sub> 1,48) gegeben, unter Beibehaltung der sonstigen Bedingungen, so erhält man bei gleicher Aufarbeitung ein Reaktionsprodukt von der Dichte 1,098 und einem Gehalt an Mononitrotoluol von ca. 80 %.

#### Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Mononitrotoluol aus Toluol, dadurch gekennzeichnet, daß Toluol mit Salpetersäure geeigneter Dichte, (zweckmässig einer Dichte von 1,47 - 1,51) im Gegenstrom zusammengebracht wird, wobei Temperaturen zwischen 50 und 150°, zweckmässig gegen 100°, eingehalten werden.-