

TADEUSZ MAZOŃSKI, ALFRED LACHOWICZ  
MIECZYŚLAW GRUSZCZYŃSKI

Katedra Technologii Chemicznej Organicznej

### PRÓBY MODYFIKACJI SYNTEZY O-FENANTROLINY

Coraz szersze stosowanie o-fenantroliny w analizie chemicznej [1] oraz brak pełnych danych literaturo-  
wych odnośnie jej syntezy, skłoniły nas do poszukiwania  
możliwie najbardziej ekonomicznej metody otrzymywania  
tego odczynnika na skalę wielkolaboratoryjną.

Znane są laboratoryjne metody otrzymywania o-fenantro-  
liny syntezą Skraupa z 8-aminochinoliny lub bezpośred-  
nio z o-fenylenodwuaminy i gliceryny w obecności kwasu  
siarkowego i arsenowego (lub jego bezwodnika). Charakte-  
ryzują się one niezbyt wysokimi wydajnościami przy czym  
wyodrębnianie czystej o-fenantroliny ze smolistego pro-  
duktu reakcji połączone jest z dużymi trudnościami a po-  
nadto mało efektywne [2, 3, 4, 5].

W naszych badaniach przeprowadziliśmy szereg prób  
zmierzających do otrzymania możliwie niezbyt zanieczysz-  
czonego surowego produktu reakcji. W tym celu zmieni-  
liśmy zarówno substraty i ich stężenia, jak również pa-  
rametry i sposób prowadzenia syntezy.

Jako aminę wyjściową stosowaliśmy o-fenylenodwuaminę  
i o-nitroanilinę; jako środek kondensujący - kwas siar-  
kowy i benzenosulfonowy; jako środek utleniający - kwas  
arsenowy i o-nitroanilinę. Próby zastąpienia gliceryny  
akroleiną nie powiodły się.

Zawartość o-fenantroliny w smolistym produkcie reak-  
cji oznaczaliśmy przeprowadzając o-fenantrolinę w kation  
 $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{++}$  i wytrącając go w postaci soli nad-  
chloranowej.

Mimo osiągnięcia stosunkowo wysokiej wydajności o-fenantroliny (w niektórych syntezach ok. 75%), otrzymywaliśmy zawsze produkt surowy w postaci smół zawierających poniżej 50% substancji czystej. Przeprowadziliśmy więc z kolei badania nad wyodrębnianiem i oczyszczaniem o-fenantroliny z produktu surowego, otrzymywanego z o-fenylendwuminy i gliceryny w obecności kwasu siarkowego i arsenowego. Zawartość o-fenantroliny w tym produkcie wynosiła ok. 40% a wydajność reakcji (obliczona na podstawie analizy produktu surowego) ok. 50%.

Po szeregu próbach opracowano pólciągłą metodę ekstrakcji o-fenantroliny z produktu surowego a także sposób odzyskiwania jej z produktów odpadkowych, co pozwoliło uzyskać 80%-ową wydajność wyodrębniania i oczyszczania i zwiększyć tym samym wydajność całego procesu otrzymywania o-fenantroliny.

#### LITERATURA

- [1] Marczenko Z.: "Odczynniki organiczne w analizie nieorganicznej", Warszawa 1959, PWN, s. 245.
- [2] Halcrow B.E., Kermack W.O.: J. Chem. Soc., 1946, 155.
- [3] Breckenridge J.G., Singer S.A.G.: Can. J. Research, 25B, 583 (1947); C.A. 42, 1937 d (1948).
- [4] Hodel E., Gysin H.: Pat. szwajc. 275.433 (1951); C.A. 47, 5456 d (1953).
- [5] Wheeler G.K.: Pat. USA 2.651.636 (1953); C.A. 49, 1824a (1955).