

2 1967
U.P. 123

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62287

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 02.XI.1967 (P 123 348)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.III.1971

Kl. 12 q, 5

MKP C 07 c, 87/62

UKD

Twórca wynalazku: Alicja Krych

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy, która posiada zastosowanie jako skuteczny środek chroniący wyroby gumowe przed niszczącym działaniem ozonu i tlenu.

Dobre własności ochronne, jakie wykazuje N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuamina, są widoczne zwłaszcza w przypadku wyrobów gumowych poddawanych obciążeniom dynamicznym.

Znane dotychczas sposoby wytwarzania N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy polegają na redukcyjnym alkilowaniu p-amino-dwufenyloaminy i innych pochodnych dwufenyloaminy za pomocą acetonu i gazowego wodoru, pod wysokim ciśnieniem, w wysokiej temperaturze i przy zastosowaniu katalizatorów. Jako katalizatory stosuje się platynę osadzoną na węglu aktywnym, pallad, katalizatory miedziowo-cynkowe i miedziowo-chromowe.

Ujemną stroną metod redukcyjnych jest konieczność stosowania szczelnej aparatury oraz operowanie gazowym wodorem, który w zetknięciu z powietrzem tworzy mieszaninę wybuchową, a jako gaz bez zapachu i koloru jest trudny do wykrycia.

Sposób według wynalazku polega na katalitycznym alkilowaniu p-aminodwufenyloaminy halogenkami izopropylu. Jako katalizatory stosuje się chlorek trójetylobenzyloamoniowy, ewentualnie rozpuszczony w wodzie.

Reakcję prowadzi się w temperaturze 55—120°C stosując mieszanie. Produkty reakcji otrzymuje się w postaci halogenowodoroków N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy. Otrzymany halogenowodorok rozpuszcza

2

się w układzie rozpuszczalników woda-eter i ogrzewa w temperaturze 65—80°C przez 30 minut, po czym oziębia się do temperatury pokojowej, traktuje acetonem, a na końcu zobojętnia wodnym roztworem wodorotlenku sodu.

Przykład I. W kolbie zaopatrzonej w mieszadło umieszcza się 0,2 mola p-aminodwufenyloaminy, 0,3 mola bromku izopropylu oraz 0,015 mola chlorku trójetylobenzyloamoniowego. Zawartość kolby ogrzewa się do temperatury 55°C i temperaturę tę utrzymuje się w ciągu 3 godzin stosując mieszanie. Utworzony bromowodorok N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy rozpuszcza się w 132 g wody, po czym dodaje się 116 g eteru etylowego i utworzoną mieszaninę ogrzewa się do temperatury 70°C. Temperaturę tę utrzymuje się w ciągu 30 minut, po tym czasie roztwór oziębia się do temperatury pokojowej i dodaje się 44 g acetonu, a na końcu 46 g wodnego 20% roztworu wodorotlenku sodu. Wydzielona N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuamina przechodzi do warstwy eterowej. Stopień przereagowania substratów ilościowy.

Przykład II. W autoklawie zaopatrzonej w mieszadło umieszcza się 0,282 mola p-aminodwufenyloaminy, 0,423 mola chlorku izopropylu, 0,007 mola chlorku trójetylobenzyloamoniowego oraz 0,846 mola wody. Całość ogrzewa się do temperatury 105°C. Temperaturę tę utrzymuje się stosując mieszanie w ciągu 2 godzin. Do produktów reakcji dodaje się następnie 138 g wody i 113 g eteru etylowego. Dalej postępuje się jak w przykładzie I. Stopień przereagowania substratów ilościowy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy na drodze alkilowania p-aminodwufenyloaminy **znamienny tym**, że p-aminodwufenyloaminę alkiluje się halogenkiem izopropylu wobec chlorku trójetylobenzyloamoniowego ewentualnie rozpuszczonego w wo-

dzie jako katalizatora, po czym otrzymany halogenowodorek N-izopropylu-N'-fenylo-p-fenylenodwuaminy rozpuszcza się w układzie rozpuszczalników woda-eter i ogrzewa się w temperaturze 65—80°C przez 30 minut, 5 następnie po oziębieniu do temperatury pokojowej traktuje się acetonem i zobojętnia wodorotlenkiem sodu.