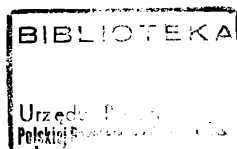


3 sierpnia 1931 r.

Cofc 121/42

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

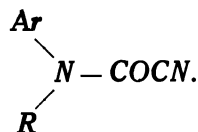
OPIS PATENTOWY

Nr 13769.

Kl. 12 o 11.

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania *N*-podstawionych cyjanformarylidów o wzorze

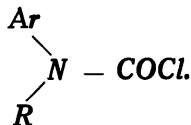


Zgłoszono 5 lutego 1929 r.

Udzielono 15 maja 1931 r.

Pierwszeństwo: 20 lutego 1928 r. (Niemcy).

Cyjanki kwasów o wzorze *R*-COCN otrzymywano już działaniem chlorków kwasów na *HCN* w obecności pirydyny w eterze. Nie udało się jednak dotychczas przeprowadzić podobnej reakcji z chlorkiem kwasu mrówkowego o wzorze



Okazało się bowiem, że w wymienionych warunkach takie chlorki w większości wypadków zupełnie nie poddawały się reakcji lub też zesmały się tak, że wydajność żądanych nitryli była bardzo niska.

Obecnie stwierdzono, że wspomniane chlorki w obecności pirydyny bez jakichkolwiek rozpuszczalników podlegają działaniu kwasu pruskiego już w zwykłej temperaturze, niekiedy korzystniej w podwyższonej temperaturze, przyczem wykazują bardzo dobrą wydajność w postaci *N*-podstawionych cyjanofarmarylidów, a kwas pruski polimeryzuje się zaledwie w stopniu nieznacznym, przyczem żadne inne produkty polimeryzacji nie powstają.

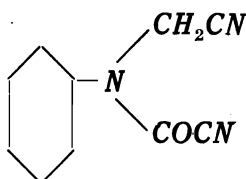
W powyższym wzorze *Ar* może stanowić dowolnie podstawioną lub niepodstawioną resztę aromatyczną np. szeregu benzenowego lub naftalenowego, a *R* dowolnie podstawioną lub niepodstawioną resztę szeregu aromatycznego lub tłuszczowego,

ewentualnie związaną z drugą resztą Ar w postaci zamkniętego pierścienia.

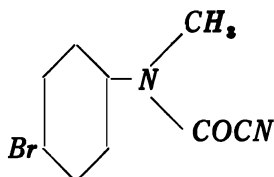
Przykłady:

1) 184 części chlorku kwasu *N*-etyloanilinomrówkowego rozpuszcza się w 400 częściach czystej pirydyny, dodaje do tego roztworu 35 części kwasu pruskiego, zamyka się szczelnie naczynie i nagrzewa w ciągu 8 godzin w temperaturze 50°—60°C. Z otrzymanego produktu usuwa się pirydynę przez wyparowanie w próżni, a pozostałość traktuje się na chłodno rozcieńczonym kwasem solnym, aby usunąć nieznaczne pozostałości pirydyny, i wyciąga tę resztę rozpuszczalnikami, np. benzem lub eterem. Po usunięciu tego rozpuszczalnika i po wysuszeniu destyluje się pozostałość w próżni. W ten sposób otrzymuje się 128 części *N*-etylocyanformanilidu o punkcie wrzenia 156°—158° przy 16 mm (bez korektury) w postaci produktu

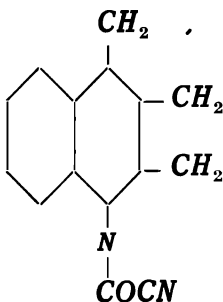
Z fenyloglicynonitrylu:



Z para-bromometyloaniliny:



Z czterohydrochinoliny:



zastygającego krystalicznie, który topnieje przy 51°C. Wydajność 74% teorji.

2) 85 części wagowych chlorku kwasu *N*-metyloanilinomrówkowego miesza się z 50 częściami objętościowymi pirydyny i 22 częściami objętościowymi kwasu pruskiego i ogrzewa w zamkniętym naczyniu przez 2—3 godziny w temperaturze 70°—80°C. Po ostygnięciu wyciąga się masę eterem, przemywa najpierw rozcieńczonym kwasem solnym, potem sodą, suszy i po odpędzeniu rozpuszczalnika destyluje w próżni.

Przy 15 mm. przedestylowuje całkowicie 60 części wagowych cyanformmetyloanilidu w temperaturze 154—156°. Masa posiada punkt topliwości leżący przy 64°—65°C i zastyga krystalicznie.

Wydajność 75% teorji.

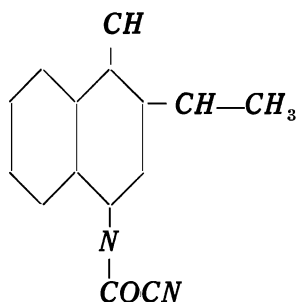
W ten sposób można otrzymać następujące nitrile w postaci bezbarwnych, krystalicznych ciał:

p. t. = 143°, z alkoholu metylowego,

p. t. = 95°, z alkoholu metylowego,

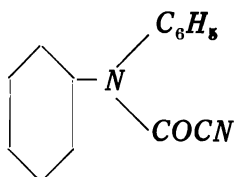
p. t. = 74°, z alkoholu metylowego,

Z dwuhydro- α -metyloindolu:



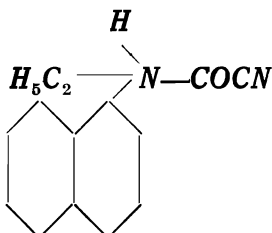
p. t. = 78°, z alkoholu metylowego,

Z dwufenylaminy:



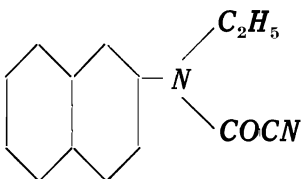
p. t. = 132°, z alkoholu metylowego,

Z etylo-1-naftylaminy:



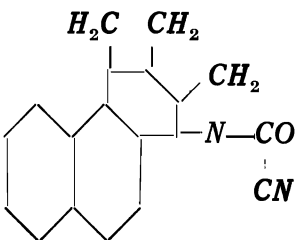
p. t. = 64°, z alkoholu metylowego,

Z etylo-2-naftylaminy:



p. t. = 104°, z alkoholu etylowego,

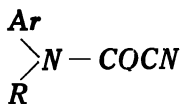
Z czterohydro- β -naftochinoliny:



p. t. = 134°, z alkoholu etylowego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania *N*-podstawionych cyjanoformarylidów o wzorze



znamienny tem, że na chlorki kwasowe o

wzorze $\begin{array}{c} \text{Ar} \\ \diagup \\ \text{N} - \text{COCl} \\ \diagdown \\ \text{R} \end{array}$, rozpuszczone lub

zawieszone w pirydynie, gdzie *Ar* jest dowolną podstawioną lub niepodstawioną

resztą aromatyczną, a *R* dowolną podstawioną lub niepodstawioną resztą, np. szeregu aromatycznego lub tłuszczowego, ewentualnie połączoną zamkniętym pierścieniem z tą drugą resztą, działa się kwasem pruskim w temperaturze zwykłej lub podwyższonej.

Deutsche Gold- und
Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

