



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

233428

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 121/453

(22) Prihlášené 30 05 83
(21) (PV 3883-83)

(40) Zverejnené 17 07 84

(45) Vydané 15 08 86

(75)
Autor vynálezu

VESELÁ ZLATICA Ing., VANEK JURAJ Ing., TRUCHLIK ŠTEFAN Ing. CSc.,
DULÁK KAROL Ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 2-amino-2-metyl-propionitrilu

Vynález sa týka spôsobu výroby 2-amino-2-metylpropionitrilu reakciou 2-oxy-2-metylpropionitrilu s plynným amoniakom za atmosférického tlaku pri teplote do 65 °C, s využitím dosycovania plynným amoniakom, s časom doreagovania 2 dni pri laboratornej teplote s následným odstránením reakčnej vody z reakčnej zmesi pretrepaním s tuhým hydroxidom draselným. Vzájomný pomer medzi amoniakom a 2-oxy-2-metylpropionitriľom je 1,45 mólu : 1,0 mólu. V prvej fáze reaguje 0,88 mólu NH₃ s 1,0 móľom 2-oxy-2-metylpropionitrilu pri teplote, ktorá sa dosiahne uvoľneným reakčným teplom. Potom sa reakčná zmes chladí na teplotu 18 až 25 °C za súčasného dosycovania plynným amoniakom v množstve 0,57 mólu. Reakčná zmes sa po odstránení reakčnej vody predestiluje za zníženého tlaku. Rýchlosť zavádzania NH₃ je v prvej fáze 0,5 g/min pre 1 mol východzieho nitrilu a v druhej fáze 1 g/min pre 1 mol východzieho nitrilu.

Vynález sa týka spôsobu výroby 2-amino-2-metylpropionitrilu reakciou 2-oxy-2-metylpropionitrilu s plynným amoniakom.

2-amono-2-metylpropionitril je medziproduktom pri výrobe niektorých, najmä herbicídne účinných látok (napr. cyanazín).

Z literatúry sú známe spôsoby výroby 2-amino-2-metylpropionitrilu reakciou 2-oxy-2-metylpropionitrilu s amoniakom.

Podľa US pat. 3 928 357 (1975) sa vyrobí 2-amino-2-metylpropionitril 6-hodinovým sytením 2-oxy-2-metylpropionitrilu bezvodým plynným amoniakom pri 15 °C a nasledujúci deň 5-hodinovým sytením pri 25 °C. Produkt sa z reakčnej zmesi extrahuje benzénom. Jap. prihl. 2,140.308 (1964) uvádza postup prípravy 2-amino-2-metylpropionitrilu z 2-oxy-2-metylpropionitrilu a plynného amoniaku pri teplote do 65 °C s následným 3-hodinovým sohríevaním na 60 °C a po ochladení extrahovaním do éteru. Výťažok možno zvýšiť pridaním Glauberovej soli do reakčnej zmesi.

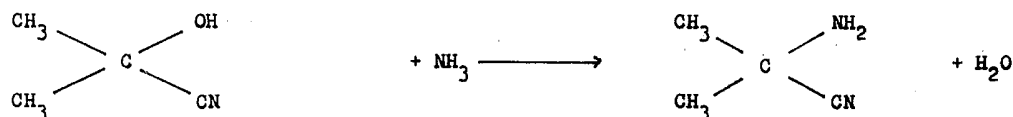
V Org. Synthesee, Coll. Vol. 2, 29 (1943) sa uvádza príprava 2-amono-2-metylpropionitrilu nasýtením metanolického roztoku 2-oxy-2-metylpropionitrilu suchým plynným amoniakom, udržiavaním reakčnej zmesi 2 až 3 dni pri teplote okolia a vydestilovaním rozpúšťadla.

Teraz sa zistilo, že 2-amino-2-metylpropionitril je možné pripraviť reakciou 2-oxy-2-metylpropionitrilu s plynným amoniakom za atmosférického tlaku pri teplote do 65 °C, z využitím dosycovania plynným amoniakom, s časom doreagovania 2 dni pri laboratórnej teplote s následným odstránením reakčnej vody z reakčnej zmesi pretrepaním s tuhým hydroxidom draselným spôsobom podľa vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že vzájomný pomer medzi amoniakom a 2-oxy-2-metylpropionitrilom je 1,45 mólu : 1,0 mólu, pričom v prvej fáze reaguje 1,0 mól 2-oxy-2-metylpropionitrilu s 0,88 mólu NH_3 pri rýchlosti zavádzania 0,5 g $\text{NH}_3 \cdot \text{min}^{-1}$ pre 1 mól východzieho nitrilu a reakcia prebieha pri teplote maximálne 65 °C, dosiahnutej uvoľneným reakčným teplom, potom sa reakčná zmes ochladí na teplotu 18 až 25 °C za súčasného dosycovania plynným amoniakom v množstve 0,57 mólu zavádzacou rýchlosťou 1 g $\text{NH}_3 \cdot \text{min}^{-1}$ pre 1 mól východzieho nitrilu a reakčná zmes sa ďalej po odstránení reakčnej vody predestiluje za zníženého tlaku.

Hlavná výhoda spôsobu výroby podľa vynálezu a rozdiel oproti doteraz známym spôsobom spočíva v tom, že v celom procese sa nepoužije organické rozpúšťadlo. Reakčná voda sa z reakčnej zmesi odstráni pretrepaním s tuhým hydroxidom alkalického kovu, výhodne s hydroxidom draselným.

Reakcia prebieha podľa reakčnej schémy:



Spôsob výroby 2-amino-2-metylpropionitrilu podľa vynálezu má oproti známym postupom beztlakovej výroby ďalšiu výhodu vo vyšších výťažkoch, v lepšej kvalite produktu ako aj v šetrení organickými rozpúšťadlami a energiou.

Nasledujúce príklady objasňujú, ale neobmedzujú spôsob výroby podľa vynálezu.

P r í k l a d 1

Do 250 ml banky opatrenej miešadlom, spätným chladičom, prívodom na zavádzanie plynu a teplomerom sa nadávkovalo 85,1 g (1,0 mól) 96 %-ného 2-oxy-2-metylpropionitrilu, do ktorého sa za chladenia a zdržovania reakčnej zmesi na teplote 25 °C a za intenzívneho miešania zavádzal plyný amoniak dovtedy, kým prírastok na váhe reakčnej zmesi nebol 25 g (1,45 mólu) amoniaku. Banka sa uzavrela a odstavila pri laboratórnej teplote na 48 hodín. Potom sa obsah banky preliat do rozdeľovacieho lievika a pretrepal sa dvakrát 10 g tuhého hydroxidu draselného za vývoja prebytočného amoniaku a vydelenia vodno-alkalickej vrstvy z reakčnej zmesi. Vodná vrstva sa zakaždým vypustila a surový produkt sa predestiloval za zníženého tlaku.

Získalo sa 70,4 g produktu s teplotou varu 49 až 50 °C pri 1,99 kPa s obsahom 96,35 % 2-amino-2-metylpropionitrilu (stanovené metódou plynovej chromatografie a kontrolované potenciometrickou titráciou). Výťažok bol 84,0 % teórie, počítané na 2-oxy-2-metylpropionitril.

P r í k l a d 2

Do 250 ml reakčnej banky s miešadlom, teplomerom, spätným chladičom a prívodom na dávkovanie plynu sa navážilo 85,1 g (1,0 mól) 96 %-ného 2-oxy-2-metylpropionitrilu. Za intenzívneho miešania sa do reakčnej zmesi zavádzal plyný amoniak, pričom teplota reakčnej zmesi stúpila z 25 °C na 64 °C, teplota potom vplyvom okolitej teploty poklesla na 62 °C. Reakčná zmes sa potom ochladila na laboratórnu teplotu, pri ktorej sa dosýtila amoniakom (asi za 20 minút) tak, aby obsahovala 25 g (1,45 mólu) amoniaku.

Po 2-dňovom stáťi pri laboratórnej teplote sa obsah banky preniesol do rozdeľovacieho lievika, pretrepal sa dvakrát s 10 g tuhého hydroxidu draselného. Vylúčené vodno-alkalicke vrstvy sa v oboch prípadoch oddelili, surový produkt, zbavený reakčnej vody sa predestiloval za zníženého tlaku. Získalo sa 75,2 g destilovaného produktu s teplotou varu 48 až 50 °C pri 1,99 kPa, s obsahom 95,67 % 2-amino-2-metylpropionitrilu (stanovené metódou plynovej chromatografie a kontrolované potenciometrickou titráciou). Výťažok bol 89,10 % teórie, počítané na 2-oxy-2-metylpropionitril.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby 2-amino-2-metylpropionitrilu reakciou 2-oxy-2-metylpropionitrilu s plyným amoniakom za atmosférického tlaku pri teplote do 65 °C s využitím dosycovania plyným amoniakom, s časom doreagovania 2 dni pri laboratórnej teplote s následným odstránením reakčnej vody z reakčnej zmesi pretrepaním s tuhým hydroxidom draselným vyznačujúci sa tým, že vzájomný pomer medzi amoniakom a 2-oxy-2-metylpropionitriľom je 1,45 mólu : 1,0 mólu, pričom v prvej fáze reaguje 1,0 mól 2-oxy-2-metylpropionitrilu s 0,88 mólu NH_3 , s rýchlosťou zavádzania NH_3 0,5 g . min⁻¹ pre 1 mol východzieho nitrilu a reakcia prebieha pri teplote dosiahnutej uvoľneným reakčným teplom, potom sa reakčná zmes chladí na teplotu 18 až 25 °C za súčasného dosycovania plyným amoniakom v množstve 0,57 mólu s rýchlosťou zavádzania 1 g . min⁻¹ pre 1 mol východzieho nitrilu a reakčná zmes sa ďalej po odstránení reakčnej vody predestiluje za zníženého tlaku.