

26 października 1931 r.

C07 C 12/10

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14328.

Kl. 12 o 11.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania nitrylów trzeciorzędnych.

Zgłoszono 12 czerwca 1926 r.

Udzielono 29 sierpnia 1931 r.

Pierwszeństwo: 22 czerwca 1925 r. (Niemcy).

Alkylowanie alifatycznych nitrylów drugorzędnych, posiadających doniosłe znaczenie przy wytwarzaniu alkylowanych amidów kwasowych, nie było dotychczas opisane. Okoliczność tę należy prawdopodobnie objaśnić tem, że dotychczas uważano, iż dają się alkylować takie tylko nitryle, które przy atomie α -węgla zawierają ujemną grupę podstawiającą, jak COOR , CN , C_6H_5 .

Obecnie stwierdzono nadspodziewanie, iż nitryle alifatyczne posiadają zdolność tworzenia związków alkalicznych, które pod wpływem środków alkylujących mogą przechodzić w nitryle alkylowane. Nitryle działaniem metalów alkalicznych lub amidów alkalicznych przeprowadza się w

odpowiednie związki alkaliczne, które obrabia się środkami alkylującymi. Reakcję tę można prowadzić z dodatkiem rozpuszczalników lub bez nich. Można również stosować nadmiar nitrylu; nadmiar ten działa wówczas jak rozpuszczalnik.

Niniejszy sposób stwarza nową drogę otrzymywania alifatycznych alkylowanych amidów kwasowych. Związki rzeczzone otrzymywano dotychczas drogą okólną, np. Haller (Comptes Rendus, tom 148, str. 127) wychodzi z aceto-fenonu i alkyluje chłorowcami alkylowemi w obecności amidku sodowego, poczem otrzymane związki rozszczepia amidkiem sodowym. Wydajność tego sposobu jest niewystarczająca. Sposób niniejszy wytwarzania alkylowa-

nych amidów kwasowych drogą bezpośrednią stanowi znaczne udoskonalenie sposobu opisanego w patencie niemieckim Nr 412820.

Przykład I. 10 cz. dwuetyloacetonitrylu w 30 cz. objętościowych suchego eteru miesza się stopniowo, mieszając i ogrzewając pod chłodnicą zwrotną, z 4 częściami potasu. Wydziela się wodór, a potas przechodzi powoli do roztworu. Po trzech godzinach mało zmieniony potas odsącza się ewentualnie i roztwór zadaje 12 cz. bromku alylowego. Eter zaczyna wrzeć i osadza się bromek potasowy. Mieszaninę ogrzewa się jeszcze w ciągu godziny, odsącza i przesącza po odpędzeniu eteru destyluje w próżni. Otrzymuje się dwuetyloal-lyloacetonitryl, wrzący w temperaturze 78° przy 9 mm ciśnienia. Po zmydleniu otrzymuje się dwuetyloal-lyloacetamid o punkcie wrzenia 74°.

Przykład II. 20 cz. dwuetyloacetonitrylu w 200 cz. obj. suchego benzenu miesza się jak wyżej, z 8 częściami potasu. Następuje bardzo żywa reakcja i już po upływie godziny wszystkie potas zostaje zużyty. Natenczas dodaje się 24 części bromku allylowego, prowadzi przeróbkę dalszą jak wskazano powyżej i otrzymuje się dwuetyloal-lyloacetonitryl o takim samym punkcie wrzenia.

Przykład III. 20 cz. dwuetyloacetonitrylu w 100 cz. ksylenu zadaje się, miesza-

jąc i ogrzewając pod chłodnicą zwrotną 5, częściami sodu. Po upływie 3 godzin roztwór pozostawia się do ostudzenia i zadaje go 24 częściami bromku allylowego w 30 cz. ksylenu. Ogrzewa się powoli i wreszcie gotuje jeszcze przez 3 godziny. Dalszą przeróbkę prowadzi się w sposób wskazany powyżej.

Przykład IV. 20 cz. dwuetyloacetonitrylu miesza się, jak w przykładzie I z 8 cz. potasu i z 35 cz. bromku benzyłowego. Punkt wrzenia dwuetylobenzyloacetonitrylu wynosi 120—122° pod ciśnieniem 1 mm. Zmydlając nitryl alkoholowym roztworem potasu otrzymuje się amid o punkcie wrzenia 75°.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania nitrylów trzeciorzędnych, znamienny tem, że nitryle drugorzędne przeprowadza się w obecności rozpuszczalników, albo bez ich udziału, za pomocą metalów alkalicznych lub amidów alkalicznych w związki alkaliczne nitrylów i związki te traktuje środkami alkylującymi.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.