



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

223824
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 85/26

(22) Přihlášeno 01 09 78

(21) (PV 5638-78)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 02 09 77
(830261) a od 17 02 78 (878843)
Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 31 12 82

(45) Vydáno 15 04 86

[72]

Autor vynálezu

EIZEMBER RICHARD FRANK, OREENWOOD, INDIANA, VOGLER
KATHLEEN ROSE, INDIANAPOLIS, INDIANA (Sp. st. a.)

[73]

Majitel patentu

ELI LILLY AND COMPANY, INDIANAPOLIS, INDIANA (Sp. st. a.)

(54) Způsob snížení koncentrace nitrosaminů v dinitroanilínech

1

Vynález se týká způsobu snížení koncentrace nitrosaminů v dinitroanilínech.

V Russ. Chem. Rev. 40 (1) 34 až 50 (1971) Eng. je obecně probrána chemie alifatických N-nitrosaminů. V Anal. Lett. 6 (4) 369 až 372 (1973), který je uveden ve formě abstraktu v Chem. Abst. 79 13291b se popisuje, že šast nitrosaminů, které se však nepopisují v průběhu přihlášky, je možno denitrosovat působením thionylchloridu.

V NSR patentu č. 2 035 796 (Chemical Abst. 76:129964e) se popisuje náhrada nitrososkupin heterocyklických sloučenin zbytky halogenovaných organických sloučenin. V NSR patentu č. 482 795 (Chem. Abst. 24:378) popisuje denitrosaci působením TiCl_3 .

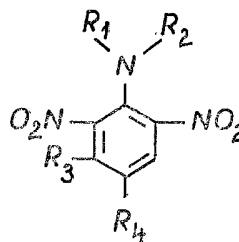
Běžné dinitroaniliny v sobě zahrnují velký počet běžných obchodně dodávaných herbicidních sloučenin. V poslední době byl vyvinut nový analytický přístroj (TEA) [J. Chromatogr. 107 (1975), 351] „N-Nitroso Compounds in the Environment“, IARC Scientific Publication 9 [International Agency for Research on Cancer, Lyon (1974), str. 40]. Pomocí tohoto zařízení je možno specificky zjistit nitrososkupinu-NO v koncentracích až 0,02 ppm, což je daleko nižší koncentrace, než jakou bylo možno prokázat při použití dosud známých zařízení. Při

2

analýze různých dinitroanilinů tímto zařízením je možno prokázat, že některé z nich obsahují malá množství nitrosaminů. Některé nitrosaminy jsou pro živočichy koncergenní. Je proto žádoucí snížit koncentrace nitrosaminů v dinitroanilínech na co nejnížší úroveň.

Způsobem podle vynálezu je možno podstatně snížit množství nitrosaminů v dinitroanilínech a snížit tak i styk lidí a živočichů s touto sloučeninou a zmenšit nebezpečí, které spočívá ve styku s touto látkou.

Podstatou způsobu snížení koncentrace nitrosaminů obecného vzorce



kde

R_1 znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

R_2 znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlí-

ku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, mono-halogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl s alkylovou částí o 1 až 3 atomech uhlíku a cykloalkylovou částí o 3 až 5 atomech uhlíku,

R₃ znamená atom vodíku, atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo amino-skupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou skupinu nebo methylsulfonovou skupinu,

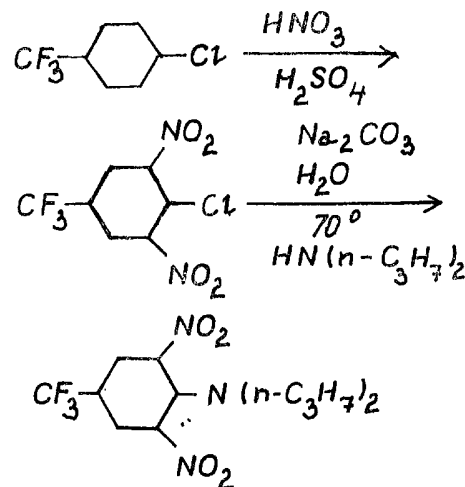
v dinitroanilínech, podle vynálezu je, že se uvede v reakci při teplotě místnosti až teplotě 140 °C svrchu uvedený dinitroanilin v kapalně fázi ve styk s reakčním činidlem ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitrosanilin izoluje.

Dinitroaniliny, které je možno způsobem podle vynálezu zbavit nitrosaminů, budou dále uvedeny:

- 1) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-N,N-di-n-propylanilin (trifluralin),
- 2) 4-isopropyl-2,6-dinitro-N,N-di-n-propylanilin (isopropalin),
- 3) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-N-n-butyl-N-ethylanilin (benefin),
- 4) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-N-ethyl-N-methylanilin (ethalfluralin),
- 5) 4-terc.butyl-2,6-dinitro-N-sek.butylanilin (butralin),
- 6) 3,4-dimethyl-2,6-dinitro-N-(1-ethylpropyl)-anilin (tendimethalin),
- 7) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-N-propyl-N-(2-chlorethyl)anilin (fluchloralin),
- 8) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-N-propyl-N-(cyklopropylmethyl)anilin (profluralin),
- 9) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-3-amino-N,N-diethylanilin (dinitramin),
- 10) 4-trifluormethyl-2,6-dinitro-3-chlor-N,N-diethylanilin (meziprodukt pro dinitramin),
- 11) 4-methyl-2,6-dinitro-N,N-bis(2-chlorethyl)anilin,
- 12) 4-sulfamoyl-2,6-dinitro-N,N-di-n-propylanilin (oryzalin) a
- 13) 4-(methylsulfonyl)-2,6-dinitro-N,N-di-n-propylanilin (nitralin).

Výhodnými dinitroaniliny při provádění způsobu podle vynálezu jsou trifluoralin, isopropalin, benefin a ethalfluralin.

Dinitroaniliny se připravují běžným způsobem, dále uvádíme typické reakční schéma pro trifluralin:



Malá množství kyslíčnicků dusíku z nitračního stupně patrně reagují s částí aminu v průběhu aminace, čímž vzniká malé množství nitrosaminů, které se může objevit ve výsledném produktu. To znamená, že jakýkoli nitrosamin je patrně nitrosoderivátem užitého alkylaminu. Je také možné, že se vytvářejí malá množství dalších nitrosaminů, v každém případě je však žádoucí jejich odstranění, bez rozdílu jejich původu.

Mechanismus, jímž probíhá způsob podle vynálezu, není zcela znám. Je však zřejmé, že nitrosamin je převeden na sloučeninu, která nitrosaminovou skupinu neobsahuje. Způsobem podle vynálezu je tedy možno dosáhnout podstatného snížení koncentrace nitrosaminu bez ohledu na jeho počáteční množství. Ve většině případů se sníží koncentrace nitrosaminu na méně než 10 ppm.

Způsob podle vynálezu se provádí v kapalně fázi. V případě dinitroanilinů, které tají při nižších teplotách, například pod 140°C , je výhodné dosáhnout při zahřívání teplotu tání nebo je možno směs zahřát i na vyšší teplotu. Trifluralin má teplotu tání 54 až 55°C , benefin 65 až 66°C a ethalfluralin 57 až 59°C . Isopropalin taje při teplotě 30°C , obvykle však obsahuje menší nečistoty, takže je kapalný již při teplotě místnosti. Mímto je kapalně fáze možno dosáhnout rozpouštěním dinitroanilinu s obsahem nitrosaminu v rozpouštědle. Vhodnými rozpouštědly jsou aromatická rozpouštědla, například benzen a toluen, halogenované alifatické uhlovodíky jako chloroform, methylenchlorid a tetrachlormethan.

Množství reakčního činidla není podstatné, pokud dostačuje ke snížení počátečního množství nitrosaminu. Obvykle se užívá $0,1$ až $2,0$ g reakčního činidla na 100 g dinitroanilinu.

Reakci je možno provádět v širokém teplotním rozmezí, například při teplotě místnosti až při 140 °C. V případě, že se využívá rozpouštědla, provádí se reakce při teplotě vyšší než bod tání dinitroanilinu. Dobrých výsledků bylo dosaženo při teplotách 70 až 90 °C v případě, že dinitroanilinem byl trifluralin, isopropalin, benefin nebo ethalfluralin. Reakci je možno provádět při atmosférickém nebo zvýšeném tlaku.

Reakční doba závisí na koncentraci nitrosaminu, teplotě, reakčním činidlem, rychlosti jeho přidávání a dalších faktorů. Reakci je nutno provádět v nepřítomnosti vody. Odstraňování nitrosaminu je možno sledovat plynovou chromatografií nebo TEA. Denitrosace je obvykle provedena za dobu kratší než 1 hodina. Průběh reakce je obvykle takový, že na počátku reakce dojde k rychlému poklesu hladiny nitrosaminu, při delší reakční době někde dojde k jeho malému vzestupu. Jde patrně o jev, při němž se vytváří určitá rovnováha mezi dinitroanilinem a produkty denitrosace, takže při určitých reakčních podmínkách může dojít k další tvorbě nitrosaminů. Je proto žádoucí dosáhnout co možná nejkratší reakční doby.

Zpracování reakční směsi spočívá v neutralizaci a izolaci čištěného dinitroanilinu. Vynález bude osvětlen následujícími příklady.

Pokud není uvedeno jinak, bylo stanovení koncentrace nitrosaminu prováděno plynovou chromatografií, která je citlivá až do koncentrace 0,5 ppm. Zkratka „N. D.“ znamená nezjistitelné množství, tj. množství nižší než 0,5 ppm nitrosaminu. Byl použit přístroj Hewlett-Packard Model 5711A, detekci je však možno provádět jakýmkoli jiným plynovým chromatografem, který je opatřen plamenovým ionizačním detektorem. Bylo použito skleněného šneku o rozměrech 1,4 X X 0,3 cm, s náplní 3 % přípravku Carbowax 20M ve směsi s přípravkem AW DMCS Chromsorb G o 100/120 mesh a postup byl prováděn při 100 °C. Jakmile došlo k vymytí nitrosaminu, byl sloupec zahřát na 230 °C a na této teplotě byl udržován 15 minut. Průtok helia byl 60 ml za minutu. Bylo užito standardu o přibližně téže koncentraci nitrosaminu, jaká byla očekávána v čištěném vzorku. Standard i vzorek byly připraveny v methylenchloridu.

V případě, že bylo uvedeno, že analýza se provádí TEA, bylo užito postupu, popsaného v J. Chromatogr. 109 (1975), 271. Tímto způsobem je možno prokázat koncentrace nitrosaminu až 0,05 ppm. V případě, že TEA neprokáže nitrosamin, je to opět uvedeno jako „N. D.“.

Příklad 1

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, PCl_3

30 g trifluoruralinu s obsahem přibližně 68 ppm nitrosaminu a 0,5 g PCl_3 se smísí a za-

hřeje na 70 °C. Reakční směs se udržuje za stálého míchání na teplotě 70 °C hodinu, vzorky se odebírají po 30 minutách a 1 hodině a analyzují se na obsah nitrosaminu. Pak se reakční směs neutralizuje 2 ml 10% roztoku uhličitanu sodného, vrstvy se oddělí, vodná vrstva se extrahuje stejným množstvím methylenchloridu. Methylenchloridový extrakt se také analyzuje na obsah nitrosaminu. Byly získány tyto výsledky:

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
30 minut	1,2 ppm
1 hodina	N.D.
methylenchloridový extrakt	N.D.

Příklad 2

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, PCl_3

Byl opakován způsob podle příkladu 1 s tím rozdílem, že bylo užito pouze 0,2 g PCl_3 , užitá teplota byla 90 °C a reakce byla ukončena po 30 minutách. Vzorek obsahoval 0,9 ppm nitrosaminu.

Příklad 3

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, PCl_3

Byl opakován postup z příkladu 2 s tím rozdílem, že bylo užito pouze 0,02 g PCl_3 . Vzorek vůbec neobsahoval nitrosamin.

Příklad 4

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, PCl_3

Byl opakován postup z příkladu 3 s tím rozdílem, že bylo užito teploty 120 °C. Ve vzorku nebyl prokázán žádný nitrosamin.

Příklad 5

Odstranění nitrosaminu z ethalfluoruralinu, Odstranění nitrosaminu z ethalfluralinu, PCl_3

30 g ethalfluralinu s obsahem 8,6 ppm nitrosaminu se zahřeje na 90 °C, přidá se 0,2 g PCl_3 a reakční směs se hodinu míchá při teplotě 90 °C. Pak se přidá 5 ml 10% uhličitanu sodného a vrstvy se oddělí. Vzorek ethalfluralinu byl analyzován na nitrosamin pomocí TEA. Bylo prokázáno 5 ppm nitrosaminu.

Příklad 6

Odstranění nitrosaminu z isopropalinu, PCl_3

50 ml xylenevého roztoku isopropalinu s

obsahem 35 g isopropalinu, obsahujícího 33,5 ppm nitrosaminu se odpařuje na rotačním odpařovači 20 minut při teplotě 90 °C. Pak se přidá 0,5 ml PCl_3 a reakční směs se 30 minut míchá při teplotě 80 °C. Pak se přidá 20 ml 5% uhlíčitanu sodného, směs se míchá ještě 10 minut a pak se odpařuje 15 minut při teplotě 100 °C na rotačním odpařovači, načež se stanoví obsah nitrosaminu. Analýza prokázala 1,9 ppm nitrosaminu.

Příklady 7 až 9

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, SOCl_2

Příklad č.	Množství SOCl_2	Reakční teplota	Doba odebrání vzorku	Koncentrace nitrosaminu
7	0,5 g	70 °C	30 minut 1 hodina methylenchloridový extrakt	22 ppm 11 ppm 0,7 µg/ml
8	0,2 g	90 °C	30 minut	3,9 ppm
9	0,1 g	120 °C	30 minut	3,2 ppm

Příklad 10

Odstranění nitrosaminu z ethalfluralinu, SOCl_2

30 g ethalfluralinu s obsahem 8,6 ppm nitrosaminu se zahřeje na 90 °C, přidá se 0,2 g SOCl_2 a reakční směs se míchá hodinu při teplotě 90 °C. Pak se přidá 5 ml 10% roztoku uhlíčitanu sodného a vrstvy se oddělí. Analýza TEA prokázala 0,44 ppm nitrosaminu.

Příklady 11 až 13

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, PBr_3

V první reakci se zahřívá 30 g trifluralinu s obsahem 68 ppm nitrosaminu na 70 °C, načež se přidá 0,5 g PBr_3 . Reakční směs se udržuje 30 minut na teplotu 70 °C, pak se neutralizuje zředěným roztokem uhlíčitanu sodného a vrstvy se oddělí. Organická vrstva byla analyzována na nitrosamin, prokázán byl obsah 1,1 ppm.

Reakce se opakuje za týchž podmínek s výjimkou reakční teploty, která se zvýší na 90 °C, přičemž se užije pouze 0,1 g PBr_3 . Koncentrace nitrosaminu se sníží na 2,3 ppm.

Reakce se znovu provádí za týchž podmínek až na reakční teplotu, která se zvýší na 120 °C, přičemž se užije 0,1 g PBr_3 . V tomto případě nebyl nitrosamin prokázán.

Příklad 14

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, TiCl_4

30 g trifluralinu s obsahem 68 ppm se zahřívá na 90 °C, načež se přidá 0,1 ml

Byla provedena série tří reakcí, při nichž byly měněny reakční parametry, a to množství užitého SOCl_2 , reakční teplota a reakční doba. V každé reakci byly smíseny SOCl_2 a 30 g trifluralinu s průměrným obsahem 68 ppm nitrosaminu a směs byla zahřívána na reakční teplotu. Tato teplota reakční směsi byla udržována určitou dobu, načež byla reakční směs neutralizována přidáním 2 ml 10% roztoku uhlíčitanu sodného. Vrstvy byly odděleny a v jednom případě byla organická vrstva extrahována stejným množstvím methylenchloridu. Ve vzorcích pak byl stanoven obsah nitrosaminu. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

TiCl_4 . Reakční směs se udržuje na 90 °C, periodicky se odebírají vzorky a analyzují se na obsah nitrosaminu. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
15 minut	59 ppm
30 minut	16 ppm
1 hodina	21 ppm
2 hodiny	3,8 ppm

Příklad 15

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, SCl_2

100 g trifluralinu se roztaví, přidá se 0,2 gramu SCl_2 a reakční směs se hodinu míchá při teplotě 90 °C. Odebírají se vzorky, které se bez zpracování analyzují na nitrosamin. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce:

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
0	50 ppm
30 minut	7,4 ppm
1 hodina	7,3 ppm

Příklady 16 až 18

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, POCl_3

Při použití POCl_3 byly provedeny 3 reakce. Při každé z nich bylo zahříváno 30 g trifluralinu s obsahem 68 ppm nitrosaminu na reakční teplotu, pak bylo přidáno určité množství POCl_3 a reakční směs byla udržována

30 minut na reakční teplotě. Pak byla reakční směs neutralizována uhlíčitěm sodným a vzorek organické vrstvy byl analy-

zován na nitrosamin. Reakční podmínky a výsledky reakce jsou uvedeny v následující tabulce.

Množství POCl ₃	Reakční teplota	Koncentrace nitrosaminu
0,5 g	70 °C	5 ppm
0,1 g	90 °C	10 ppm
0,1 g	120 °C	14 ppm

Příklad 19

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, POCl₃ druh zásady

30 g trifluralinu s průměrným obsahem nitrosaminu 68 ppm se smísí s 0,2 g POCl₃ a 0,05 g uhlíčitěm sodného. Reakční směs se zahřívá na 90 °C a na této teplotě se udržuje 30 minut, načež se neutralizuje 2 ml 10% roztoku uhlíčitěm sodného a vrstvy se oddělí. Vzorek trifluralinu se pak analyzuje na obsah nitrosaminu. Žádný nitrosamin nebylo možno prokázat.

Příklad 20

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, POCl₃ reakční doba

30 g trifluralinu s průměrným obsahem 68 ppm nitrosaminu se zahřívá na 90 °C, načež se přidá 0,03 ml POCl₃. Reakční směs se udržuje 2 hodiny na teplotě 90 °C, přičemž se odebírají a analyzují vzorky. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
15 minut	6,6 ppm
30 minut	< 1 ppm
1 hodina	4,9 ppm
2 hodiny	8,5 ppm

Příklad 21

Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, SO₂Cl₂

30 ml trifluralinu s obsahem 36 ppm nitrosaminu se zahřívá na 120 °C, načež se přidá 0,5 ml SO₂Cl₂. Reakční směs se hodinu udržuje na teplotě 120 °C. Vzorky se odebírají po 30 minutách a 1 hodině. Každý vzorek se promyje 10 ml vody, suší na rotačním odpařovači 15 minut při teplotě 60 °C a pak se analyzuje na obsah nitrosaminu. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
30 minut	4
1 hodina	2

Příklad 22

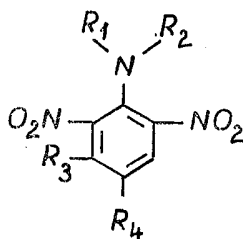
Odstranění nitrosaminu z trifluralinu, POCl₃

Opakuje se postup z příkladu 21 s tím rozdílem, že se užije 0,5 g POCl₃ místo SO₂Cl₂. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

Doba odběru vzorku	Koncentrace nitrosaminu
30 minut	8
1 hodina	4

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob snížení koncentrace nitrosaminů v dinitroanilínech obecného vzorce



kde

R₁ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

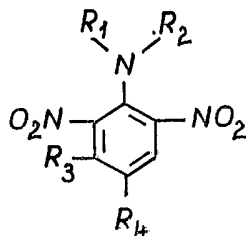
R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl s alkylovou částí o 1 až 3 atomech uhlíku a cykloalkylovou částí o 3 až 5 atomech uhlíku,

R₃ znamená atom vodíku, atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo aminoskupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou skupinu nebo methylsulfonylovou skupinu, vyznačující se tím, že se uvede v reakci při teplotě místnosti až teplotě 140 °C svrchu uvedený dinitroanilin v kapalně fázi ve styk

s reakčním činidlem ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

2. Způsob podle bodu 1 pro snížení koncentrace nitrosaminů obecného vzorce



kde

R₁ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, nebo alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku,

R₃ znamená atom vodíku a

R₄ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, vyznačující se tím, že se uvede v reakci při teplotě místnosti až teplotě 120 °C svrchu uvedený dinitroanilin v kapalně fázi ve styk s reakčním činidlem ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se reakční teplota pohybuje v rozmezí 70 až 90 °C.

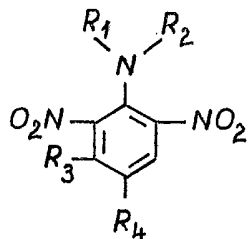
4. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že kapalně prostředí je tvořeno roztavením dinitroanilinu.

5. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že se reakce provádí v aromatickém rozpouštědle nebo v halogenovaném alifatickém uhlovodíku.

6. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že se uvede ve styk roztavený trifluralin s chloridem fosforitým při teplotě 70 až 90 °C do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se trifluralin izoluje.

7. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že se uvede ve styk roztavený trifluralin se sulfurylchloridem při teplotě 120 stupňů Celsia do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se trifluralin izoluje.

8. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se uvede ve styk při teplotě místnosti až teplotě 140 °C dinitroanilin s obsahem nitrosaminu, obecného vzorce



kde

R₁ znamená atom vodíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

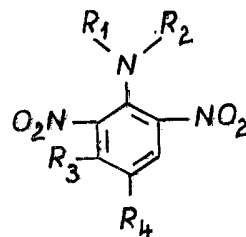
R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl o 1 až 3 atomech uhlíku v alkylové části a o 3 až 5 atomech uhlíku v cykloalkylové části,

R₃ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, atom halogenu nebo aminoskupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou nebo methylsulfonylovou skupinu,

v kapalně fázi za použití reakčního činidla ze skupiny chlorid fosforitý, bromid fosforečný, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

9. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se uvede ve styk při teplotě místnosti až teplotě 140 °C dinitroanilin s obsahem nitrosaminu obecného vzorce



kde

R₁ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

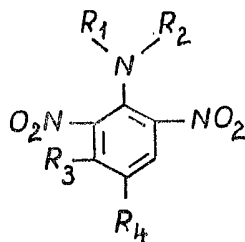
R₂ znamená monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl o 1 až 3 atomech uhlíku v alkylové části a o 3 až 5 atomech uhlíku v cykloalkylové části,

R₃ znamená atom vodíku, atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo aminoskupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou skupinu nebo methylsulfonylovou skupinu,

v kapalně fázi za použití reakčního činidla ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

10. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se uvede ve styk při teplotě místnosti až teplotě 140 °C dinitroanilin s obsahem nitrosaminu obecného vzorce



kde

R₁ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

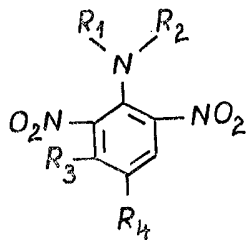
R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl o 1 až 3 atomech uhlíku v alkylové části a o 3 až 5 atomech uhlíku v cykloalkylové části,

R₃ znamená atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo aminoskupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou nebo methylsulfonylovou skupinu,

v kapalně fázi za použití reakčního činidla ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

11. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se uvede ve styk při teplotě místnosti až teplotě 140 °C dinitroanilin s obsahem nitrosaminu obecného vzorce



kde

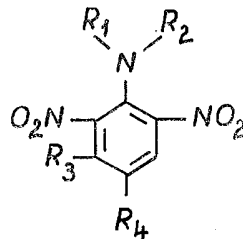
R₁ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl o 1 až 3 atomech uhlíku v alkylové části a o 3 až 5 atomech uhlíku v cykloalkylové části,

R₃ znamená atom vodíku, atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo aminoskupinu a

R₄ znamená sulfonamidovou nebo methylsulfonylovou skupinu, v kapalně fázi za použití reakčního činidla ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

12. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se uvede ve styk při teplotě 120 až 140 °C dinitroanilin s obsahem nitrosaminu obecného vzorce



kde

R₁ znamená atom vodíku, alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku,

R₂ znamená alkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, alkenyl o 2 až 5 atomech uhlíku, monohalogenalkyl o 1 až 5 atomech uhlíku nebo alkylcykloalkyl o 1 až 3 atomech uhlíku v alkylové části a o 3 až 5 atomech uhlíku v cykloalkylové části,

R₃ znamená atom vodíku, atom halogenu, alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku nebo aminoskupinu,

R₄ znamená alkyl o 1 až 3 atomech uhlíku, trifluoralkyl o 1 až 5 atomech uhlíku, sulfonamidovou nebo methylsulfonylovou skupinu,

v kapalně fázi za použití reakčního činidla ze skupiny chlorid fosforitý, chlorid fosforečný, bromid fosforitý, oxychlorid fosforečný, dichlorsulfid, thionylchlorid, sulfurylchlorid, thionylbromid a tetrachlorid titanu do snížení koncentrace nitrosaminu, načež se dinitroanilin izoluje.

13. Způsob podle bodů 8 až 11, vyznačující se tím, že se provádí při teplotě 70 až 90 °C.

14. Způsob podle bodů 8 až 13, vyznačující se tím, že kapalně prostředí je tvořeno roztažením dinitroanilinu.

15. Způsob podle bodů 8 až 13, vyznačující se tím, že se reakce provádí v aromatickém rozpouštědle nebo v halogenovaném alifatickém uhlovodíku.