



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 17.XI.1966 (P 117 409)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 12 q, 1/02

MKP C 07 c 84/62

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Lenartowicz, Lech Wojciechowski
Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania N-cyjanoetylo-N-etyloaniliny

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N-cyjanoetylo-N-etyloaniliny, półproduktu do wyrobu barwników, barwiących włókna syntetyczne takie, jak poliestrowe, poliakrylonitrylowe i poliamidowe.

N-cyjanoetylo-N-etyloanilina jest związkiem znanym, a dostępna literatura podaje kilka sposobów jej wytwarzania. Jeden ze znanych sposobów polega na ogrzewaniu N-etyloaniliny z akrylonitrylem pod ciśnieniem w temperaturze 180°C w obecności kwasu siarkowego jako katalizatora, po czym uzyskany produkt wyodrębnia się na drodze destylacji próżniowej. Znana jest również metoda bezciśnieniowego ogrzewania N-etyloaniliny z akrylonitrylem w obecności kwasu octowego oraz reakcje cyjanoetylowania z zastosowaniem fenoli, krezoli, octanu miedziowego, a także bezwodnika kwasu octowego jako katalizatorów. Wszystkimi znanymi sposobami otrzymuje się jednak produkt zawierający smoliste zanieczyszczenia i wymagający stosowania destylacji próżniowej w celu wyodrębnienia N-cyjanoetylo-N-etyloaniliny.

Sposób według wynalazku pozwala na uzyskanie N-cyjanoetylo-N-etyloaniliny z wydajnością 70% w takiej postaci, która po oddestylowaniu niewielkiej ilości nieprzereagowanego akrylonitrylu nadaje się bezpośrednio, bez wyodrębnienia za pomocą destylacji próżniowej, do wytwarzania barwników do włókien syntetycznych.

2 Według wynalazku ogrzewa się N-etyloanilinę, akrylonitryl i kwas octowy lodowaty, użyte w stosunku wagowym 10:5,1—5,5:0,9—1 w temperaturze 140—150°C pod ciśnieniem 2,2—2,8 atmosfery w ciągu 30—45 godzin. Użycie substratów i katalizatora reakcji w podanych stosunkach wagowych warunkuje zarówno uzyskanie wymienionej wydajności, jak i powstanie produktu bez smolistych zanieczyszczeń, przeszkadzających przy syntezie barwnika.

Przykład I. Do aparatu ciśnieniowego z mieszadłem wprowadza się 8,5 kg N-etyloaniliny, 4,5 kg akrylonitrylu i 840 g kwasu octowego lodowatego. Aparat zamyka się i przy ciągłym mieszaniu ogrzewa do temperatury 150°C. Ciśnienie wzrasta w tym czasie do 2,5 atmosfery. Ogrzewanie prowadzi się w temperaturze 145—150°C w ciągu 40 godzin. Ciśnienie spada w końcowym okresie ogrzewania stopniowo do około 0,4 atmosfery. Po ostygnięciu aparatu pobiera się próbkę i sprawdza jej gęstość, która w temperaturze 20°C powinna wynosić 1,012—1,015. Następnie oddestylowuje się pozostały w nadmiarze akrylonitryl ogrzewając masę reakcyjną w temperaturze 30—50°C pod próżnią wynoszącą 60—100 mm Hg. Mieszaninę reakcyjną zawierającą około 70% N-cyjanoetylo-N-etyloaniliny stosuje się bezpośrednio do syntezy barwników zawieszinowych.

Przykład II. Do aparatu ciśnieniowego z mieszadłem wprowadza się 8,5 kg N-etyloaniliny,

4,25 kg akrylonitrylu i 850 g kwasu octowego lodowatego. Aparat zamyka się i ogrzewa, jak w przykładzie I. Ogrzewanie prowadzi się w temperaturze około 150°C w ciągu 45 godzin. Po zakończeniu reakcji ciśnienie spada do atmosferycznego. Oddestylowanie akrylonitrylu obecnego w nieznacznych ilościach nie jest konieczne. Mieszaninę reakcyjną zawierającą około 70% N-cyanoetylo-N-etyloaniliny stosuje się bezpośrednio do syntezy niektórych barwników zawieszinowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania N-cyanoetylo-N-etyloaniliny przez ogrzewanie N-etyloaniliny, akrylonitrylu i kwasu octowego lodowatego, **znamienny tym**, że N-etyloanilinę, akrylonitryl i kwas octowy lodowaty, użyte w stosunku wagowym 10:5,1—5,5:0,9—1 ogrzewa się w temperaturze 140—150°C pod ciśnieniem 2,2—2,8 atmosfery w ciągu 30—45 godzin.