

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

93096

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 16.01.75 (P. 177361)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.12.75

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1979

Int. Cl.². C07C 121/78
C09B 29/08

MKP C07c 87/62

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Halina Marciniak, Tomasz Budzisz, Barbara Marszałek

Uprawniony z patentu : Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Barwników,
Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania N-cyanoetyloaniliny

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania N-cyanoetyloaniliny na drodze cyanoetylowania aniliny za pomocą akrylonitrylu. Omawiany związek stanowi półprodukt w dziedzinie syntezy barwników organicznych.

Pochodne monocyanoetylowe amin aromatycznych otrzymuje się znanym sposobem drogą cyanoetylowania tych amin akrylonitrylem w środowisku wodnym, przy zastosowaniu bardzo znacznych ilości wody, stanowiących około 75% wagowych masy reakcyjnej, w obecności niewielkich ilości soli poddawanej reakcji aminy aromatycznej z silnym kwasem organicznym lub nieorganicznym łatwo rozpuszczalnym oraz całkowicie dysocjującym w wodzie w charakterze katalizatora. Sposobem tym uzyskano N-cyanoetyloanilinę z wydajnością 95%, poddając anilinę w określonym wyżej rozcieńczeniu wodnym w ciągu 32 godzin w temperaturze do 96°C reakcji z akrylonitrylem w obecności katalitycznych ilości kwasu solnego oraz hydrochinonu – tego ostatniego jako inhibitora polimeryzacji akrylonitrylu.

Znany jest również sposób cyanoetylowania amin aromatycznych za pomocą akrylonitrylu, w którym stosuje się znacznie mniejsze ilości wody, objętościowo zbliżone do ilości zastosowanego akrylonitrylu. Sposobem tym ogrzewa się aminę aromatyczną w środowisku wodnym z akrylonitrylem w obecności 0,025–0,25 mola, korzystnie 0,1–0,2 mola chlorku cynku na 1 mol aminy w atmosferze azotu w ciągu do 30 godzin. N-cyanoetyloanilinę uzyskuje się opisanym wyżej sposobem z wydajnością 90,5% w wyniku reakcji prowadzonej w ciągu 28 godzin.

Stwierdzono, że można uzyskać N-cyanoetyloanilinę na drodze cyanoetylowania aniliny akrylonitrylem w środowisku wodnym w małych objętościach bez konieczności stosowania – z uwagi na bardzo szybki przebieg reakcji – inhibitorów polimeryzacji akrylonitrylu bądź ochronnej atmosfery azotu, z bardzo dobrą wydajnością, używając jako katalizatorów równocześnie kwasu octowego i chlorku cynku.

Sposobem według wynalazku ogrzewa się mieszaninę aniliny, wody, chlorku cynku, kwasu octowego i akrylonitrylu pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia, po czym oddestylowuje się nieprzereagowany akrylonitryl, chłodzi pozostałą masę do temperatury pokojowej, a następnie odsącza wykrystalizowaną N-cyanoetyloanilinę. Na 1 mol aniliny używa się 1,25 mola akrylonitrylu oraz mieszaninę 0,05–0,15 mola kwasu

octowego i 0,05–0,15 mola chlorku cynku, korzystnie po 0,1 mola kwasu octowego i chlorku cynku. Wodę stosuje się w ilości stanowiącej 23–25% wagowych łącznej masy użytej mieszaniny. W zależności od ilości użytych katalizatorów uzyskuje się w ciągu 4–20 godzin N-cyjanoetyloanilinę z wydajnością 96–97%.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe, a stopnie temperatury podano w stopniach Celsjusza.

Przykład I. Mieszaninę 93 części aniliny, 60 części wody, 13,6 części chlorku cynku, 6 części kwasu octowego lodowatego oraz 70 części akrylonitrylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia w ciągu 8 godzin, przy czym temperatura wzrasta stopniowo z 82 do 94°. Następnie oddestylowuje się nieprzereagowany akrylonitryl, chłodzi mieszaninę reakcyjną do temperatury pokojowej oraz odsacza wykrystalizowaną N-cyjanoetyloanilinę. Po wysuszeniu otrzymuje się 141,6 części N-cyjanoetyloaniliny. Wydajność procesu wynosi 97%.

Przykład II. Postępuje się sposobem, opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast podanych w tym przykładzie ilości katalizatorów używa się 6,8 części chlorku cynku oraz 3 części kwasu octowego lodowatego i ogrzewa mieszaninę reakcyjną w ciągu 20 godzin. Otrzymuje się 140,0 części N-cyjanoetyloaniliny. Wydajność procesu wynosi 96%.

Przykład III. Postępuje się sposobem, opisanym w przykładzie I, używając 20,4 części chlorku cynku oraz 9 części kwasu octowego lodowatego i ogrzewa mieszaninę reakcyjną w ciągu 4 godzin. Otrzymuje się 141,6 części N-cyjanoetyloaniliny. Wydajność procesu wynosi 97%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania N-cyjanoetyloaniliny na drodze cyjanoetylowania aniliny za pomocą akrylonitrylu w środowisku wodnym w obecności mieszaniny katalizatorów w temperaturze wrzenia masy reakcyjnej, z n a - m i e n n y t y m, że jako mieszaninę katalizatorów stosuje się mieszaninę 0,05–0,15 mola kwasu octowego ,0,05–0,15 mola chlorku cynku.