



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

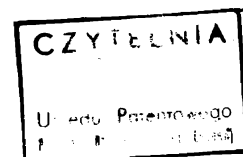
Int. Cl.³ C07C 87/62

Zgłoszono: 84 03 16 (P. 246705)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 85 01 30

Opis patentowy opublikowano: 1987 03 31



Twórcy wynalazku: Andrzej Gawłowski, Jan Kraska

Uprawniony z patentu tymczasowego: Ośrodek Badawczo-Rozwojowy
Przemysłu Barwników „Organika”,
Zgierz (Polska)

Sposób otrzymywania nowych pochodnych N-etyleno-N-/3'-nitrobenzylo/-aniliny

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych pochodnych N-etyleno-N-/3'-nitrobenzylo/-aniliny o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza grupę hydroksylową lub cyjanową. Wymienione wyżej związki stanowią półprodukty będące składnikami biernymi do wytwarzania barwników azowych zawieszinowych, kwasowych i zasadowych o wysokich odpornościach termicznych i mokrych.

Sposób otrzymywania znanych związków z grupy, N-metylo-N-/3'-nitrobenzylo/-aniliny lub N-etylo-N-/3'-nitrobenzylo/-aniliny, został opisany w Beilstein's Handbuch der organischen Chemie, tom 12 i polega na nitrowaniu N-metylo lub N-etylo-N-benzyloaniliny za pomocą nitrozy w temperaturze 0–5°C.

Sposobem według wynalazku związki o ogólnym wzorze 1, w którym R ma wyżej podane znaczenie, wytwarza się, poddając związki o ogólnym wzorze 2, w którym R ma wyżej podane znaczenie, reakcji nitrowania za pomocą mieszaniny kwasów azotowego i siarkowego w temperaturze poniżej 0°C, co zapewnia otrzymywanie produktów o czystości wystarczającej do syntezy barwników.

W warunkach prowadzenia reakcji sposobem według wynalazku nie tworzą się, ubocznie, w zależności od użytych związków wyjściowych, produkty nitrowania grupy hydroksylowej ani produkty hydrolizy grupy cyjanowej.

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

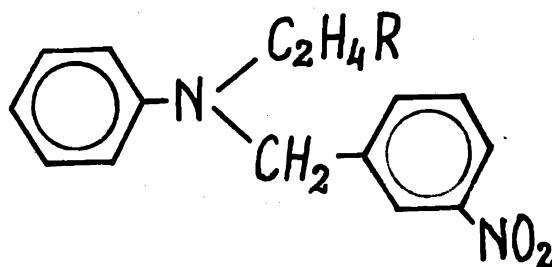
Przykład I. Do 90 części 96% kwasu siarkowego dodaje się 11,8 części N-cyanoetylo-N-benzyloaniliny i po ochłodzeniu do -5° dodaje się w ciągu 2 godzin mieszaninę 36 części 96% kwasu siarkowego i 3,6 części 96% kwasu azotowego, utrzymując temperaturę w granicach -5 do -2° . Następnie mieszaninę reakcyjną wylewa się na 1500 części wody i 500 części lodu. Wydzielony osad po odsączeniu może być bezpośrednio używany do sprzęgania. Surową N-cyanoetylo-N-/3'-nitrobenzylo/-anilinę poddaje się krystalizacji z mieszaniny benzenu i eteru naftowego, po czym uzyskuje się produkt o temperaturze topnienia $72-74^{\circ}$. Dla związku o wzorze sumarycznym $C_{16}H_{15}N_3O_2$ (mol 281,32)

otrzymano: C = 68,45%; H = 5,54%; N = 14,42%
 obliczono: C = 68,31%; H = 5,37%; N = 14,94%.

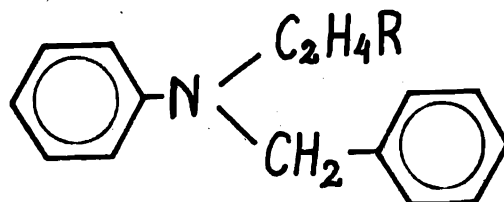
Przykład II. Do 90 części 96% kwasu siarkowego dodaje się 11,4 części N-hydroksyetylo-N-benzyloaniliny i po ochłodzeniu do -10° dodaje się w ciągu 2 godzin dodaje się mieszaninę 36 części 96% kwasu siarkowego i 3,6 części kwasu azotowego, utrzymując temperaturę w granicach -10 do -5° . Następnie mieszaninę reakcyjną wylewa się na 1500 części wody i 500 części lodu. Produkt wypada w postaci oleju, który po oddzieleniu warstwy wodnej może być bezpośrednio używany do sprzęgania. Uzyskaną w ten sposób N-hydroksyetylo-N-/3'-nitrobenzylo/-anilinę przeprowadza się w krystaliczny pikrynian, który po krystalizacji z etanolu posiada temperaturę topnienia $116-118^{\circ}$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych pochodnych N-etyleno-N-/3'-nitrobenzylo/-aniliny o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza grupę hydroksylową lub cyjanową, **znamienny tym**, że związek o ogólnym wzorze 2, w którym R ma wyżej podane znaczenie, poddaje się reakcji nitrowania mieszaniną kwasów azotowego i siarkowego w temperaturze poniżej 0°C .



wzór 1



wzór 2