

Opublikowano dnia 10 lipca 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 41483

Kl. 12 q, 5

Instytut Chemii Ogólnej^{x/}
Warszawa, Polska

Sposób wytwarzania N-alkiloamin aromatycznych

Patent trwa od dnia 8 maja 1957 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania N-alkiloamin aromatycznych z nitrozwiązków, wodoru i alkoholi pod ciśnieniem atmosferycznym w obecności katalizatora.

Znane sposoby otrzymywania N-alkiloamin aromatycznych polegają najczęściej na alkirowaniu amin alkoholami w fazie gazowej lub w fazie ciekłej, w obecności katalizatorów. Według patentu niemieckiego nr 494856 N-alkiloaminy aromatyczne otrzymuje się bezpośrednio z związków nitrowych, które poddaje się równoczesnej redukcji i alkirowaniu w roztworach kwaśnych za pomocą aldehydów i wodoru in statu nascendi.

Sposób według wynalazku polega na otrzymywaniu N-alkiloamin ze związków nitrowych aromatycznych, wodoru i alkoholi w fazie gazowej pod ciśnieniem atmosferycznym, metodą ciągłą. Reakcję przeprowadza się w obecności katalizatora o działaniu redukcyjnym i równocześnie odwadniającym.

^{x/} Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są
inż. Stanisław Kurowski i inż. Zbigniew Leszczyński.

Zaletą tego sposobu jest to, że redukcja nitro związków aromatycznych do odpowiednich amin przebiega całkowicie, przy czym otrzymuje się produkt wolny od trudnych do oddzielenia nieprzereagowanych nitro związków oraz pośrednich produktów tej reakcji. Ponadto przez zmianę stosunku alkoholu do nitro związku można wpłynąć na zawartość w produkcie końcowym amin pierwszo- drugo- i trzeciorzędowych. Reakcją można na przykład pokierować tak, ażeby produkt końcowy zawierał obok N-alkiloaminy aromatycznej, aminę pierwszorzędową.

P r z y k ł a d I. Mieszaninę nitrobenzenu i etanolu o stosunku molowym 1:1,5 przepuszcza się wraz z nadmiarem znajdującego się stale w obiegu wodoru przez warstwę kontaktu o właściwościach uwodorniających i dehydratacyjnych. W temperaturze reakcji wynoszącej 270°C i przy szybkości objętościowej 300 l mieszaniny reakcyjnej /litr kontaktu/godzinę otrzymuje się produkt zawierający w % wagowych: 20% aniliny, 65% N-etyloaniliny, 15% N-dwumetyloaniliny.

Reakcję przeprowadzono na kontakcie, przygotowanym przez nasycenie nośnika z tlenku glinu i kaolinu roztworami azotanów miedzi lub miedzi i cynku, wysuszenia go i wyprażenie w podwyższonej temperaturze w atmosferze utleniającej w celu rozłożenia azotanu, oraz kolejne aktywowanie go wodorem.

P r z y k ł a d II. Z mieszaniny zawierającej na 1 mol nitrobenzenu 0,4 mola etanolu przerabianej jak w przykładzie I, otrzymuje się surowy produkt, zawierający w % wagowych: 65% aniliny, 20% N-etyloaniliny, 15% N-dwumetyloaniliny.

Stosując zamiast etanolu alkohol metylowy otrzymuje się N-metylo- i N-dwumetyloaniliny, a przy zastąpieniu nitrobenzenu jego homologami jak np. nitrotoluenem - odpowiednie N-alkiloaminy aromatyczne.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania N-alkiloamin aromatycznych obok amin pierwszorzędowych, bezpośrednio z aromatycznych związków nitrowych, znamienny tym, że na nitrowe związki aromatyczne działa się alkoholami i wodorem w fazie gazowej pod ciśnieniem atmosferycznym, w obecności katalizatorów o działaniu redukcyjnym i równocześnie odwadniającym, przy czym proces prowadzi się metodą ciągłą.

I n s t y t u t
C h e m i i
O g ó l n e j

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych