ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233 064

(11) (B1)

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 04 83
(21) (PV 3034-83)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 87/52, C 07 C 87/62

(40) Zveřejněno 17 07 84
(45) Vydáno 01 01 87

(75)
Autor vynálezu RŮŽIČKA KAREL ing.,
LORENC JOSEF ing.,
PŘIKRYL JOSEF ing., PARDUBICE,
MAXA MILAN ing.,
SUK JIŘÍ ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu

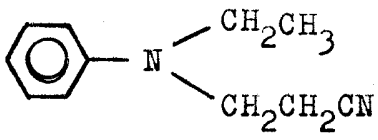
Způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu reakcí akrylonitrilu a N-etylanilinu v kapalné fázi, tak, že se reakce provádí v prostředí kyseliny octové v hmotnostním poměru k N-etylanilinu 0,05 : 1 až 1 : 1 za přítomnosti katalytického množství kyseliny fluoroborité, popřípadě Lewisových kyselin na bázi halogenidů hliníku, zinku nebo boru, za normálního tlaku, při teplotě varu reakční směsi nepřesahující 125 °C, popřípadě v přebytku akrylonitrilu nepřesahující molární poměr k N-etylanilinu 2 : 1, popřípadě za přídavku hydrochinonu v množství nejvýše 2 % hmotnostní z výchozího množství akrylonitrilu. Příprava kvalitní kopulační komponenty pro výrobu disperzních azobarviv.

233 064

Předmětem vynálezu je způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu založený na reakci N-etylanilinu s akrylonitrilem v kapalné fázi za katalytického působení kyseliny fluoroborité, resp. Lewisových kyselin v prostředí kyseliny octové. N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilin je nejčastěji používán jako kopulační komponenta pro výrobu disperzních azobarviv.

Doposud známé způsoby přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/--anilinu vycházející z N-etylanilinu a akrylonitrilu jsou založeny na reakci těchto výchozích komponent za vysokých teplot ca 160 až 180 °C a za působení koncentrované kyseliny sírové, popřípadě za působení jednomocné mědi. Jejich nevýhodou je částečná tepelná dekompozice vznikajícího a výchozích produktů a tyto vedlejší reakční zplodiny snižují kvalitu vyráběného N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu a lze je odstranit pouze nákladnou vakuovou destilací. Jiný postup přípravy podle A.O. 161 356 spočívá v reakci výše uvedených komponent v prostředí koncentrované kyseliny octové za katalytického působení Cu^+ v přítomnosti práškové mědi. Přestože se podle tohoto způsobu přípravy podařilo snížit podstatně teplotu reakce a s ní i obsah nežádoucích reakčních zplodin, jeho nevýhodou zůstává nutnost odstranění Cu-katalyzátoru extrakcí po skončení chemické reakce.

Tyto nevýhody řeší způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu podle vynálezu. Způsob přípravy uvedené látky vzorce



reakcí N-etylanilinu s akrylonitrilem spočívá v tom, že se reakce provádí v přítomnosti relativně malého množství kyseliny octové a katalytického množství kyseliny fluoroboritě, popřípadě obecně Lewisových kyselin, které tvoří s dvojnou vazbou akrylonitrilu charge-transfer komplex usnadňující tak průběh požadované chemické reakce. Jak bylo dále nalezeno, lze množstvím kyseliny octové v závislosti na jejím poměru k výchozím reakčním složkám příznivě ovlivnit řád chemické reakce a tím dosáhnout i relativně velmi krátké reakční doby za nízké teploty do ca 120 °C při zachování vysokého stupně selektivity a konverze. Vzhledem k optimálnímu průběhu chemické reakce lze molární poměr N-etylanilinu k akrylonitrilu volit v rozmezí 1 : 1,1 až 1 : 2 s výhodou 1 : 1,2 až 1 : 1,5 a použitý akrylonitril při reakci stabilizovat proti polymeraci přídavkem malého množství hydrochinonu. Jak již bylo uvedeno, přítomnost kyseliny octové snižuje řád chemické reakce mezi výchozími komponentami a tento pokles je úměrný jejímu množství. S výhodou lze volit hmotnostní poměr kyseliny octové k výchozímu N-etylanilinu v rozmezí 0,05 : 1 až 1 : 1, což je také reprezentováno zvýšením rychlosti chemické reakce v uvedeném směru. Jako katalyzátorů lze s výhodou použít Lewisových kyselin reprezentovaných zejména halogenidy hliníku a zinku, popř. boru a kyseliny fluoroboritě nepřesahující molární poměr k N-etylanilinu 0,001 : 1 až 0,01 : 1. Přítomnost uvedeného typu katalyzátorů dovoluje dosáhnout vedle výborné selektivity chemické reakce i vysokou konverzi za uvedených termodynamických podmínek, pohybující se v rozmezí 97 % až 99 %. Teplotní rozmezí, v němž chemická reakce optimálně probíhá, závisí na složení reakční směsi a tedy na teplotě jejího varu. S výhodou lze však syntézu N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu podle vynálezu provádět za normálního tlaku v teplotním rozmezí 70 až 125 °C. Nezreagovaný přebytečný akrylonitril lze po skončení syntézy oddestilovat za sníženého tlaku nebo jeho likvidaci provést přídavkem odpovídajícího množství alkalického siřičitanu.

Získaný produkt obsahující kyselinu octovou je možno přímo použít např. pro syntézu organických barviv.

Popisovaný způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu podle vynálezu je dále ilustrován na příkladu, který však není jeho omezením.

Příklad provedení

Do aparatury opatřené chladičem a míchadlem se předloží 1 díl N-etylanilinu, 0,214 dílu kyseliny octové, 0,593 dílu akrylonitrilu, 0,007 dílu hydrochinonu a 0,0036 dílu čisté kyseliny fluoroborité. Reakční směs se pod zpětným chladičem vyhřeje na teplotu 90 až 92 °C a dále se udržuje za varu po dobu ca 10 až 12 hodin, kdy teplota vystoupí na 120 až 122 °C. Po skončení reakce se za sníženého tlaku oddestiluje přebytečný akrylonitril a získá se ca 1,42 dílu N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu dále obsahujícího 10 až 12 % kyseliny octové a 0,1 až 0,5 % nezreagovaného N-etylanilinu.

233 064

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy N-etyl-N/β-kyanetyl/-anilinu reakcí akrylonitrilu a N-etylanilinu v kapalné fázi, vyznačený tím, že se reakce provádí v prostředí kyseliny octové v hmotnostním poměru k N-etylanilinu 0,05 : 1 až 1 : 1 za přítomnosti katalytického množství kyseliny fluoroboritě, popřípadě Lewisových kyselin na bázi halogenidů hliníku, zinku nebo boru, za normálního tlaku, při teplotě varu reakční směsi nepřesahující 125 °C, popřípadě v přebytku akrylonitrilu nepřesahujícím molární poměr k N-etylanilinu 2 : 1, popřípadě za přídavku hydrochinonu v množství nejvýše 2 % hmotnostní z výchozího množství akrylonitrilu.