

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 95915

Patent dodatkowy

do patentu _____

Zgłoszono: 22.10.75 (P. 184200)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 20.11.76

Opis patentowy opublikowano: 1.06.1979

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.². C07C 121/78
C09B 29/08

MKP C07c 91/40
C07c 121/78

Twórcy wynalazku: Halina Marciniak, Barbara Marszałek, Tomasz Budzisz

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

Sposób otrzymywania N-cyanoetylo-N-etanoloaniliny

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania N-cyanoetylo-N-etanoloaniliny na drodze cyanoetylowania N-etanoloaniliny za pomocą akrylonitrylu. Omawiany półprodukt jest wykorzystywany jako składnik bierny do wytwarzania szeregu azowych barwników zawieszinowych do barwienia włókien poliestrowych.

Jak wiadomo — reakcja silnie zasadowych amin alifatycznych z akrylonitrylem w stosunku molowym 1:1 przebiega bez trudności. Znacznie słabsza — w porównaniu z aminami alifatycznymi — zasadowość amin aromatycznych utrudnia ich reakcję z akrylonitrylem i wymaga doboru odpowiednich warunków procesu cyanoetylowania i zastosowania katalizatorów.

Znany sposób cyanoetylowania amin aromatycznych działaniem akrylonitrylu w obecności kwasu octowego z reguły prowadzi do otrzymania mieszaniny amin powstających w wyniku reakcji głównej i towarzyszących jej reakcji ubocznych np. reakcja cyanoetylowania tym sposobem N-etanoloaniliny działaniem 1,1 mola akrylonitrylu w obecności 0,2 mola lodowatego kwasu octowego na mol aminy prowadzi do otrzymania mieszaniny reakcyjnej, wymagającej rozdestylowania pod zmniejszonym ciśnieniem przy zastosowaniu wydajnej kolumny do destylacji próżniowej. Proces prowadzony na łaźni parowej pod chłodnicą zwrotną trwa 150 godzin.

Znany jest również sposób cyanoetylowania N-etanoloaniliny za pomocą akrylonitrylu w obecności wody. Sposobem tym ogrzewa się aminę z akrylonitrylem w środowisku wodnym w obecności 0,025–0,25 mola, korzystnie 0,1–0,2 mola chlorku cynku na mol aminy, przy czym proces prowadzi się w atmosferze azotu w ciągu 16 godzin. Sposobem tym uzyskano N-cyanoetylo-N-etanoloanilinę z wydajnością 89%.

Stwierdzono, że można osiągnąć jeszcze lepszą wydajność bez konieczności stosowania ochronnej atmosfery azotu, używając jako katalizatorów równocześnie kwasu octowego i chlorku cynku.

Sposobem według wynalazku ogrzewa się mieszaninę N-etanoloaniliny, wody, kwasu octowego, chlorku cynku i akrylonitrylu pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia wynoszącej 80–94°C w ciągu 10–15 godzin, po czym oddestylowuje się nieprzereagowany akrylonitryl, chłodzi pozostałą mieszaninę, oddziela część organiczną i przemywa ją wodą. Przemyty produkt zawiera około 10% wody, którą można oddestylować pod zmniejszonym ciśnieniem. N-cyanoetylo-N-etanoloanilina otrzymana opisanym sposobem nie wymaga żadnych

dodatkowych zabiegów przed skierowaniem jej do przeróbki na barwnik. Na 1 mol N-etanoloaniliny używa się 1,25 mola akrylonitrylu oraz mieszaninę 0,1–0,15 mola kwasu octowego i 0,1–0,15 mola chlorku cynku, korzystniej 0,15 mola kwasu octowego i 0,15 mola chlorku cynku. Wodę stosuje się w ilości stanowiącej około 20% wagowych łącznej masy użytej mieszaniny. Uzyskuje się N-cyanoetylo-N-etanoloanilinę z wydajnością 95%.

Wynalazek ilustrują następujące przykłady, w których części i procenty oznaczają części i procenty wagowe:

Przykład I. Mieszaninę 137 części N-etanoloaniliny, 60 części wody, 13,6 części chlorku cynku, 6 części kwasu octowego lodowatego oraz 67 części akrylonitrylu ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia w ciągu 12 godzin, przy czym temperatura wzrasta stopniowo z 80 do 93°C. Następnie oddestylowuje się nieprzereagowany akrylonitryl, chłodzi mieszaninę reakcyjną do temperatury pokojowej, oddziela i przemywa wodą część organiczną, a następnie usuwa resztki wilgoci przez destylację pod zmniejszonym ciśnieniem. Otrzymany olej zawiera 178,6 części N-cyanoetylo-N-etanoloaniliny. Wydajność procesu wynosi 94%.

Przykład II. Postępuje się sposobem opisanym w przykładzie I, przy czym zamiast podanych w tym przykładzie ilości katalizatorów używa się 20,4 części chlorku cynku oraz 9 części kwasu octowego lodowatego i ogrzewa mieszaninę reakcyjną w ciągu 10 godzin. Otrzymuje się 179 części N-cyanoetylo-N-etanoloaniliny. Wydajność procesu wynosi 94,2%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania N-cyanoetylo-N-etanoloaniliny na drodze cyanoetylowania N-etanoloaniliny 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 katalizator stosuje się mieszaninę 0,1–0,15 mola kwasu octowego i 0,1–0,15 mola chlorku cynku.