

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 577

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

G 03 C 7/26

(22) Přihlášeno 03 03 81

(21) (PV 1509-81)

(40) Zveřejněno 15 09 81

(45) Vydáno **30 03 84**

(75)

Autor vynálezu

ARIENT JOSEF dr., ing., DrSc., Pardubice,
MARTINCOVÁ OLGA, Hradec Králové

(54) Způsob přípravy 2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]anilinu

Vynález se týká způsobu přípravy 2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]anilinu redukcí 1-nitro-2-chlor-5-[alfa-(pentadecylfenoxy)butyramido]benzenu zinkem a chloridem vápenatým.

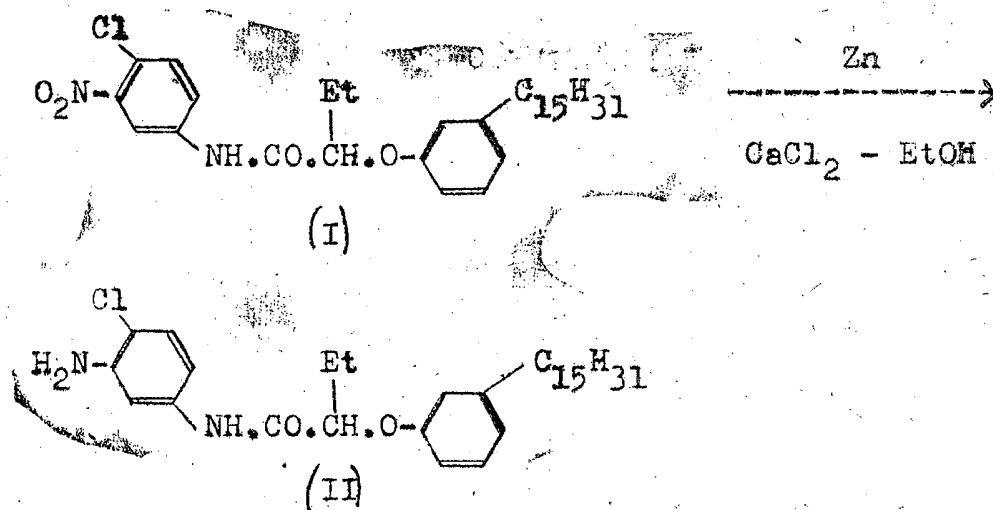
Jedná se o nový, technologicky nenáročný a ekonomičtější způsob přípravy meziprojektu pro výrobu barvotvorných složek vyznačený tím, že redukce se provádí zinkem ve vodně-etanolickém roztoku chloridu vápenatého při 80°C a konečný produkt se izoluje nalitím přefiltrované reakční směsi na led nebo do studené vody a vyloučený produkt se odsaje.

Vynález se týká způsobu přípravy 2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]anilinu redukcí 1-nitro-2-chlor-5-[alfa-(pentadecylfenoxy)butyramido]benzenu zinkem a chloridem vápenatým.

2-Chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]anilin (II) se vyrábí jako jeden z meziproduktů pro výrobu barvotvorných složek redukcí 1-nitro-2-chlor-5-[alfa-(3-pentade-

cylfenoxy)-butyramido]benzenu vzorce (I) železem nebo zinkem v kyselině octové nebo hydrogenací na Raneyově-niklovém katalyzátoru.

Brit. pat. 830, 797 (1958); Fuji Photo: NSR pat. 2 542 651 (1976)]. V prvním případě nastává komplikace při izolaci se železnatými i zinečnatými solemi, v druhém případě je nutno pracovat v tlakovém zařízení.



Výše uvedené nedostatky nemá způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že redukcí nitrolátky (I) na aminolátku (II) je možno provést zinkem ve vodně-ethanolickém roztoku chloridu vápenatého. Reakce se provádí při 80°C a ukončí se zahřetím reakční směsi k varu. Isolace produktu se provede nalitím odfiltrované reakční směsi na led a odsátím vyloučené látky. Získaný produkt je bílá nebo světle nažloutlá látka, která se bez dalšího čištění použije k další synthese. K redukcí použitá nitrolátka (I) musí být prostá výchozího 2-chlor-5-nitroanilinu, který se jinak v průběhu reakce redukuje na derivát m-fenylendiaminu, nejde od hlavního podílu prakticky oddělit a na vzduchu způsobuje černání produktu a jeho znehodnocení.

Výhodou nového postupu přípravy 2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)-butyramido]anilinu je, že je technologicky nenáročný a

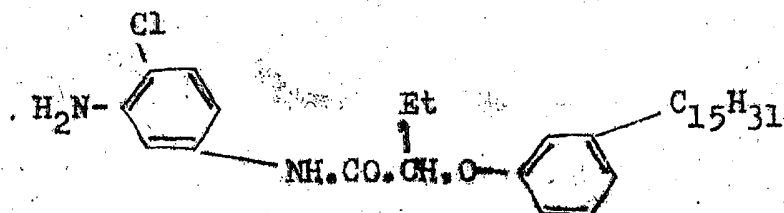
ekonomicky výhodnější než dosud používané postupy.

Příklad

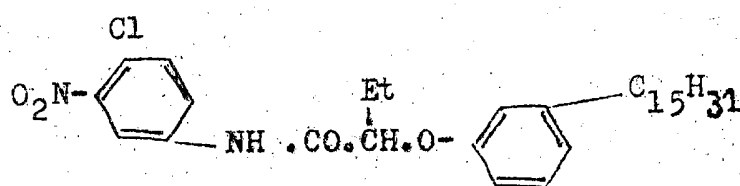
Do tříhrdelné baňky o obsahu 1 l, opatřené míchadlem a zpětným chladičem se předloží 340 ml ethanolu, roztok 35 g chloridu vápenatého ve 100 ml vody a 218 g zinečnatého prachu. Směs se vyhřeje na 80°C a při této teplotě se pomalu a po částech přidává 242 g 1-nitro-2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]benzenu (I). Po vnesení veškeré nitrolátky se redukční směs udržuje 2 hodiny na bodu varu. Po ukončení reakce se suspenze za horka odsaje a nezreagovaný zinek se na filtru promyje 100 ml horkého ethanolu. Spojené ethanolické filtráty se nalijí na led. Vyloučená látka se odsaje a promyje vodou do neutrální reakce. Získá se slabě nažloutlá látka o teplotě tání 70-72°C, ve výtěžku 213 g, t. j. 93 % theorie.

Předmět vynálezu

Způsob přípravy 2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]anilinu vzorce II



z 1-nitro-2-chlor-5-[alfa-(3-pentadecylfenoxy)butyramido]benzenu vzorce I



vyznačený tím, že redukce se provádí zinkem ve vodně-etanolickém roztoku chloridu vápenatého při 80°C a konečný produkt se

isoluje nalitím přefiltrované reakční směsi na led nebo do studené vody a vyloučený produkt se odsaje.