

C 07d 51/64



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 39476

Kl. 12 p, 6

Akademia Medyczna w Łodzi
(Wydział Farmaceutyczny — Zakład Technologii Chemicznej Środków Leczniczych)*)
Łódź, Polska

Sposób wytwarzania piperazyny

Patent trwa od dnia 10 sierpnia 1955 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania piperazyny.

Jest rzeczą znaną, że piperazynę wytwarza się kilkoma sposobami, np. przez kondensację w temperaturze 200—400°C etylenodwuaminy z estrami glikolu o ogólnym wzorze $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{R}$, w którym R oznacza resztę kwasu organicznego lub nieorganicznego, np. kwasu solnego, bromowodorowego lub octowego, w obecności substancji odciągających wodę (patent Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 2219839), albo przez ogrzewanie w temperaturze 200—300°C w obecności soli amonowych związku o ogólnym wzorze $\text{NH} \begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{CH}_2\text{R} \\ \text{CH}_2-\text{CH}_2\text{R}' \end{array}$ w którym R oznacza grupę wodorotlenową, a R' — grupę wodorotlenową lub aminową (patent niemiecki nr 657979). Zamiast soli amonowych znane jest stosowanie również innych katalizatorów.

Przy stosowaniu powyższych metod wykorzystuje się tylko etylenodwuaminę, którą wytwarza się z haloidków etylenu i amoniaku, wyższe aminy, które powstają w czasie działania amoniaku na haloidki etylenu pozostają niewykorzystane do produkcji piperazyny.

Stwierdzono, że piperazynę można otrzymać na drodze kondensacji estrów glikolu lub tlenku etylenu z wyższymi aminami lub mieszaniną amin powstających w czasie reakcji haloidków etylenu z amoniakiem.

Sposób według wynalazku polega na tym, że dwuetylenotrójaminę lub trójetylenocząteroaminę albo też mieszaninę amin, powstającą w wyniku reakcji haloidków etylenu z amoniakiem, poddaje się kondensacji z estrami glikolu o wzorze ogólnym $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{R}$, w którym R oznacza resztę kwasu nieorganicznego lub organicznego, np. kwasu solnego lub octowego, lub z tlenkiem etylenu. Kondensację prowadzi się w temperaturze 200—400°C w obecności substancji odciągających wodę, np. chlorku amonu.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Tadeusz Tkaczyński.

Przykład I. Do 103 g dwuetylenotrójaminey ogrzanej do temperatury 100°C wkrapla się 80 g etylenochlorohydryny utrzymując temperaturę w granicach 100—120°C, następnie dodaje się 120 g chlorku amonowego, podnosi temperaturę do 250°C i masę reakcyjną utrzymuje w temperaturze 250—270°C w ciągu trzech godzin. Wytworzoną piperazynę wydziela się z masy reakcyjnej znanymi metodami, np. za pomocą azotynu sodowego przeprowadzając ją w dwunitrozopiperazynę. Przez ogrzewanie z kwasem solnym, zubożenie ługiem sodowym i destylację wydziela się wolną piperazynę. Wydajność: 92 g piperazyny 6-ciowodnej.

Przykład II. 73 g trójetylenocztveroaminy ogrzewa się do temperatury 100°C, a następnie wkrapla 80 g etylenochlorohydryny utrzymując temperaturę 100—120°C, po czym dodaje się 70 g chlorku amonowego i postępuje dalej jak w przykładzie I. Wydajność: 85 g piperazyny 6-ciowodnej.

Przykład III. Do mieszaniny amin, otrzymanej ze 100 g chlorku etylenu i 1 kg 25%-owego amoniaku, ogrzewanej do temperatury 100°C wkrapla się 64 g etylenochlorohydryny, utrzymując

temperaturę w granicach 100—120°C, po czym dodaje się 80 g chlorku amonowego i postępuje dalej według przykładu I. Wydajność: 73 g piperazyny 6-ciowodnej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania piperazyny, znamienny tym, że dwuetylenotrójamineę, trójetylenocztveroamineę lub mieszaninę amin, pozostającą w wyniku reakcji haloidków etylenu z amoniakiem, poddaje się kondensacji z estrami glikolu o wzorze ogólnym $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{R}$, w którym R oznacza resztę kwasu nieorganicznego lub organicznego, np. kwasu solnego lub octowego, lub też z tlenkiem etylenu przez ogrzewanie w temperaturze 200—300°C w obecności substancji odciągających wodę, np. chlorku amonu.

Akademia Medyczna w Łodzi
(Wydział Farmaceutyczny —
Zakład Technologii Chemicznej
Środków Leczniczych)

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych