

[19]中华人民共和国专利局

[11] 公开号 CN 1128018A



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94192940.X

[51]Int.Cl⁶

C07C209 / 08

[43]公开日 1996 年 7 月 31 日

[22]申请日 94.6.8

[30]优先权

[32]93.6.30 [33]EP[31]93201901.1

[86]国际申请 PCT / US94 / 06511 94.6.8

[87]国际公布 WO95 / 01322 英 95.1.12

[85]进入国家阶段日期 96.1.30

[71]申请人 普罗格特-甘布尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72]发明人 B·A·J·胡比什 A·J·辛浦森

F·E·哈迪

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 关立新 姜建成

C07C209 / 26 C07C209 / 28

权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 胺还原烷基化制备用作织物软化酯前体的叔氨基多元醇

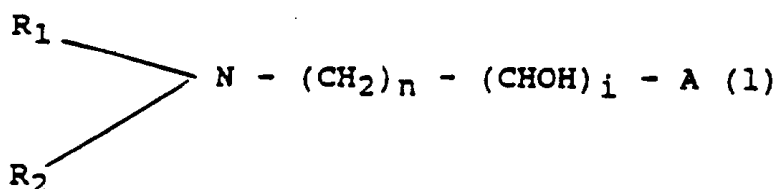
[57]摘要

本发明公开了制备用于织物软化的季铵脂的另一种反应途径。本方法从氯代环氧化物开始,其与氨和水反应形成伯胺多元醇。接着进行伯胺化合物还原烷基化,然后仲胺与醛反应生成中间体叔胺多元醇。本方法的第一部分接着用现有技术已知的传统的酯化和季铵化步骤制备织物软化化合物季铵。

(BJ)第 1456 号

权利要求书

1. 一种制备式 (I) 叔氨基多元醇的方法



其中

R_1 和 R_2 分别是 $(C_1 - C_8)$ - 烷基或芳基;

A 是氢或 R_1 ;

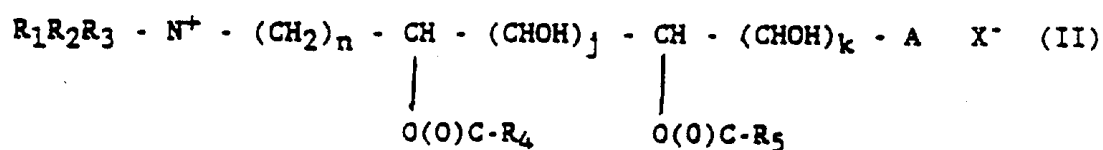
n 是 1、2、3、4、5 或 6;

i 是 2、3、4、5 或 6;

当 A 是氢时 $i + n$ 小于 9, 和

当 A 不是氢时 $i + n$ 小于 8。

该叔氨基多元醇用作进一步酯化和季铵化的中间化合物, 以生产式 (II) 的季铵织物软化化合物:



其中 R_1 、 R_2 、n、i、A 与式 (I) 中相同;

R_3 是 $(C_1 - C_8)$ - 烷基或芳基;

j 和 k 分别是 1、2、3 或 4, 并且 $j + k = i - 2$;

R_4 和 R_5 分别是 $(C_{11} - C_{23})$ - 烷基或链烯基;

X^- 是合适的相反离子;

所述方法的特征在于该叔氨基多元醇通过二步制备:

—

说明书

胺还原烷基化制备用作织物 软化酯前体的叔氨基多元醇

发明领域

本发明公开了一种制备用于织物软化的季铵酯的另一种反应途径。

本方法从氯代环氧化物开始，其与氨和水反应生成伯胺基多元醇。伯胺化合物继续进行还原烷基化，然后仲胺化合物与醛反应生成中间产物叔胺基多元醇。本方法的第一部分继续进行现有技术已知的制备季铵织物软化化合物的传统酯化和季铵化反应步骤。

发明背景

与本发明最相关的现有技术是美国专利US 4, 137, 180，其所述季铵酯产物与本发明相同，并且也用于织物软化剂。

制备这些铵化化合物的方法的反应路线第一部分不同，而第二部分包含的酯化和季铵化反应步骤完全相同。因此现有技术的中间产物叔氨基多元醇是通过另一种反应提供的，包括通过脱除盐酸用氯代烷基多元醇烷基化仲胺。

制备期望的织物软化铵的已知的现有技术的第一部分显示出低选择性，并且用例如二甲胺作为仲胺，它已知具有很高毒性并且很难操作，并且不得不由氨和氯代甲烷制备。因此本发明的目的是要提供一种高选择性的另一种方法，并且使用困难较低的操作，并获得的粗产物同时仍可以用于已知的方法的容易部分。

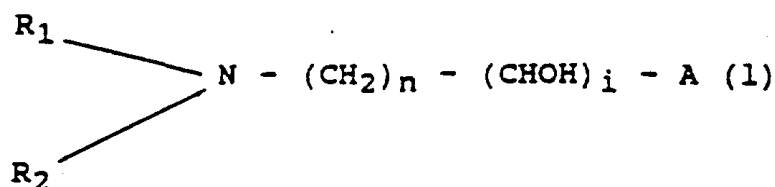
其它的专利公开包括，US 3, 342, 840公开的制备季铵盐单酯。

US 4, 696, 771公开了一种制备氨基醇或多元醇的方法, 其包括仲醇胺与末端环氧化合物反应制备聚氨基甲酸酯。

美国专利US 4, 540, 821和4, 654, 376都涉及用酚、氨和环氧乙烷一起与甲醛一起制备氨基多元醇。形成的产物都用于纺织软化组合物, 但既不季铵化也不含酯键。

发明概述

本发明涉及一种提供式 (I) 叔氨基多元醇的方法:



其中

R_1 和 R_2 分别是 $(C_1 - C_8)$ - 烷基或芳基;

A 是氢或 R_1 ;

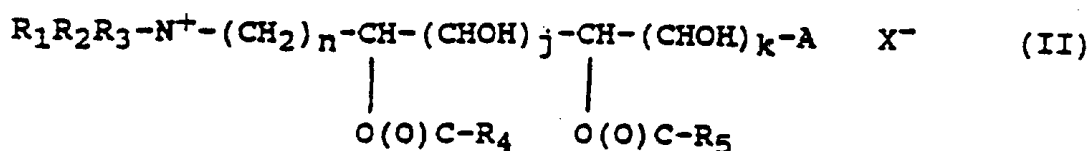
n 是 1、2、3、4、5 或 6;

i 是 2、3、4、5 或 6;

当 A 是氢时 $i + n$ 小于 9, 和

当 A 不是氢时 $i + n$ 小于 8。

该氨基多元醇用作用传统方法步骤进一步酯化和季铵化的中间化合物, 以生产式 (II) 的季铵织物软化化合物:



其中 R_1 、 R_2 、n、i、A 和式 (I) 中相同;

R_3 是 $(C_1 - C_8)$ - 烷基或芳基;

000130

R_4 和 R_5 分别是 $(C_{11} - C_{23})$ - 烷基或链烯基;

X⁻ 是合适的相反离子，例如US 4, 137, 180中公开的那些。本方法制备中间产物叔氨基多元醇包括两步，这是本发明与现有技术的区别。

该叔氨基多元醇通过如下制备：

a) - 卤原子 - CH_2 - (C_2 - C_8 - 烷基) (1 - 3) 环氧化物或 (2 - 6) 多元醇与氨和水反应形成伯氨基多元醇; 和

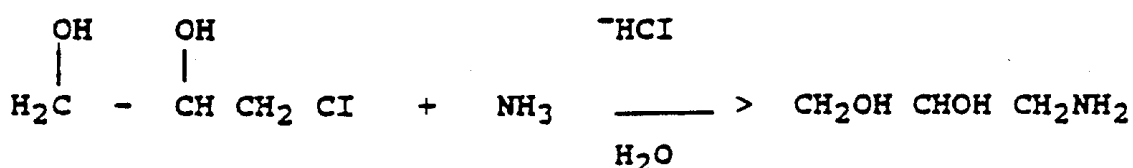
b) 形成的伯氨基多元醇与脂肪或芳香 ($C_1 - C_8$) - 醛或脂肪二醛进行烷基化还原形成式 (I) 叔氨基多元醇。

本发明的方法的优选实施方案与权利要求一致。

实施例

在这些实施例中最相关的现有技术 (US 4, 137, 180) 与本发明进行了比较。因此常规条件和反应细节不再给出, 但可以参考现有技术中公开的内容。

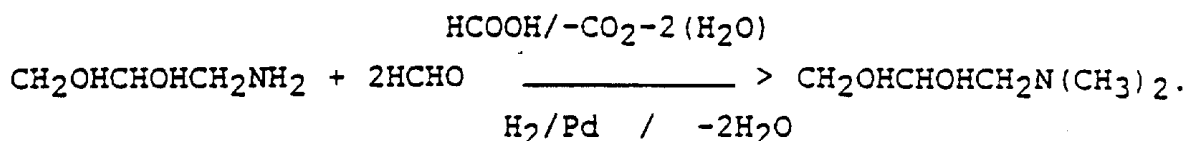
本发明中 α -氯代醇在水溶液环境按下述反应路线反应：



生成名称为氨基丙二醇的第一种单氨基多元醇中间体，同时释放出盐酸。

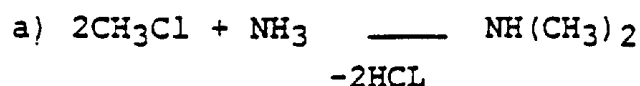
单氨基多元醇然后用甲酸或催化氢化例如钯，与甲醛以氨基丙二醇与甲醛摩尔比为 1 : 2 反应。在全部转化后反应生成二甲基氨基丙二醇，其如先有技术公开的是生产季铵化合物的起始胺。制备二甲基

氨基丙二醇的反应路线是：

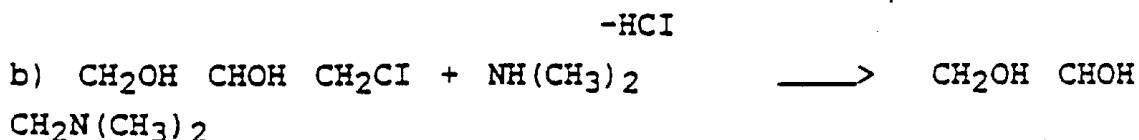


其没有其他的产物生成，也就是选择性是100%。

在现有技术US 4, 137, 180中两步方法（制备中间产物二甲基氨基丙二醇）由以下反应路线给出：



和



（氯代丙二醇）（二甲胺）（1-二甲基氨基丙二醇）

然而第二步反应的缺点是会产生一种稳定的副产物，名称为季铵化的二甲基二丙二醇铵，并重排生成2-二甲基氨基丙二醇。反应路线b)的另一种反应产物降低了方法的选择性。此外除去方法中不想要的副产物是必要的，因为在许多国家以常规观点来看其作为织物软化组合物中的杂质目前是不可接受的。

另外，由这些副产物形成的织物软化化合物不具有已知的软化优点，因此而降低整体软化效果。