

Warszawa, 21 sierpnia 1933 r. 2

C07c 85/08

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18230.

Kl. 12 q, 6/01.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania amin wyższych węglowodorów tłuszczowych.

Zgłoszono 22 kwietnia 1932 r.

Udzielono 31 marca 1933 r.

Pierwszeństwo: 23 kwietnia 1931 r. (Niemcy).

Pochodne wyższych węglowodorów tłuszczowych znajdują w przemyśle chemicznym coraz większe zastosowanie. Techniczne otrzymywanie amin tych węglowodorów dotychczas nie było znane.

Wykryto, że można uzyskać w sposób łatwo wykonalny technicznie podobne wyższe aminy, w drodze obróbki amonjakiem lub wodorem w fazie ciekłej ketonów lub mieszanin ketonów, otrzymywanych w sposób znany z kwasów karbonowych, wytwarzających mydła z ośmiu przynajmniej atomami węgla.

W ten sposób otrzymuje się aminy, które zależnie od warunków, w jakich zostały wytworzone, składają się prawie wyłącznie z amin pierwszorzędowych lub z mieszaniny pierwszorzędowych z drugorzędowymi i trzeciorzędowymi aminami. Jeśli reakcję

prowadzi się przy temperaturze nieco wyższej od punktu, przy którym zaczyna się pochłanianie wodoru, wpływa to korzystnie na tworzenie się pierwszorzędowych amin. Skoro pracę prowadzić w temperaturach wyższych, wówczas tworzy się więcej amin drugorzędowych i również trzeciorzędowych.

Sposób jest cenny, zwłaszcza wskutek tego, że można również stosować technicznie łatwo dostępne mieszaniny wyższych kwasów karbonowych.

Pod wyrażeniem „łatwo dostępne mieszaniny wyższych kwasów karbonowych” należy rozumieć dające się bezpośrednio lub pośrednio otrzymać z tłuszczów, olejów, wosków, ropy naftowej i innych produktów naturalnych mieszaniny wyższych kwasów karbonowych, jak np. kwasy z

tłuszczu kokosowego, tłuszczu arachisowego, kwasy żywicowe, kwasy obecne w ropie naftowej lub kwasy otrzymywane przy jej przeróbce, jak kwasy naftenowe, ponadto kwasy karbonowe, dające się otrzymać z parafiny zapomocą utleniania. Zawartość węgla w otrzymanych z produktów tych mieszaninach ketonów przewyższa znacznie zawartość 10 atomów węgla.

Do otrzymywania ketonów, względnie ich mieszanin, może służyć najkorzystniej sposób katalityczny, można jednak również stosować czysto chemiczne metody.

Przykład I. Mieszaninę równych części wagowych kwasu z tłuszczu kokosowego i lodowatego kwasu octowego przepuszcza się w temperaturze 400° — 450°C ponad katalizatorem z tlenku toru lub z tlenku manganowego i oddziela, traktując rozcieńczonym ługiem sodowym, utworzone wyższe ketony od kwasu octowego, acetonu i od ewentualnie nieznacznych ilości nieprzekształconego kwasu tłuszczowego. 150 części wagowych otrzymanej w ten sposób mieszaniny ketonów o punkcie wrzenia 80° — 185°C przy 12 mm ciśnienia rozpuszcza się w autoklawie w 150 częściach wagowych metanolu, dodaje 4 części wagowe katalizatora niklowego i wtłacza 15 części wagowych amonjaku. Pod ciśnieniem wodoru wynoszącym 40 — 50 atm miesza się w temperaturze 75 — 95°C . Po $2\frac{1}{2}$ godzinach uwodornianie zostaje zakończone. Otrzymany produkt pozostawia się do ochłodzenia, a następnie oddziela od katalizatora i destyluje w próżni. Otrzymany olej wrze od 88 — 200°C przy 12 mm. Jest on w wodzie nierozpuszczalny, natomiast łatwo rozpuszcza się w zwykłych rozpuszczalnikach organicznych.

Z kwasem solnym lub siarkowym tworzą się trudno rozpuszczalne sole, które mogą służyć do oddzielania poszczególnych frakcyj.

Stosując utworzone bez udziału lodowatego kwasu octowego wyższe frakcje mie-

szaniny ketonowej, otrzymuje się odpowiednio wyżej wrzące aminy.

Przykład II. 100 części wagowych otrzymanej, podobnie jak w przykładzie I, z kwasu naftenowego i lodowatego kwasu octowego mieszaniny ketonowej o punkcie wrzenia 75 — 103°C (12 mm) wraz ze 100 częściami metanolu i 4 częściami katalizatora, wytworzonego z niklu i ziemi okrzemkowej, nasycy się w autoklawie amonjakiem pod ciśnieniem 2 atm, poczem w temperaturze 85 — 95°C uwodornia pod ciśnieniem 30 — 40 atm. Dalszą przeróbkę prowadzi się jak w przykładzie I. Otrzymany produkt posiada punkt wrzenia od 70° — 120°C przy 11 mm. Jest to bezbarwny olej, który rozpuszcza się, dając roztwór całkowicie przezroczysty w rozcieńczonym kwasie solnym.

Przykład III. 100 części wagowych mieszaniny ketonowej, otrzymanej z technicznej stearyny i kwasu octowego, traktuje się w obecności 200 części wagowych 16,8%-ego roztworu amonjaku w alkoholu metylowym i 2% katalizatora niklowego w temperaturze 80 — 95°C pod ciśnieniem 40 atm wodorem, mieszając dokładnie. Uwodornianie zostaje ukończone w 2 godziny. Katalizator oddziela się zapomocą odsączenia i roztwór w alkoholu metylowym poddaje się destylacji. Otrzymuje się z wydajnością ponad 90% aminę, wrzącą w temperaturze 187 — 193°C przy 13 mm.

Przykład IV. Autoklaw napełnia się 150 częściami wagowymi, otrzymanego podobnie jak w przykładzie I, z kwasu palmitynowego i kwasu fenylloctowego, ketonu pentadecylofenylometylowego, 100 częściami wagowymi etanolu, 2 częściami wagowymi katalizatora niklowego i wtłacza 10 części wagowych amonjaku. Uwodornianie prowadzi się w temperaturze poniżej 100°C przy ciśnieniu wodoru wynoszącym 40 atm. Zapomocą destylacji frakcjonowanej w próżni otrzymuje się 1-fenyl-2-aminoheptadekan.

Zamiast wspomnianych w przykładach alkoholów dają się również stosować inne rozpuszczalniki. Stosowanie rozpuszczalnika jest jednak niekoniecznie potrzebne. Ciśnienie wodoru może się wahać w szerokich granicach. Jako katalizatory wchodzi w grę zwykle stosowane katalizatory uwodorniające.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania amin wyższych

węglowodorów tłuszczowych zapomocą traktowania ketonów w fazie ciekłej amoniakiem i wodorem, znamienny tem, że stosuje się ketony lub mieszaniny ketonów, które można otrzymać w sposób znany z tworzących mydło kwasów karbonowych o co najmniej 8 atomach węgla.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.