



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

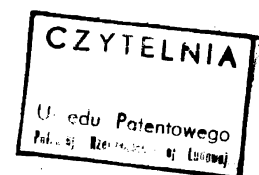
Int. Cl.<sup>3</sup> C07C 93/02

Zgłoszono: 82 11 17 (P. 239111)

Pierwszeństwo \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 83 09 26

Opis patentowy opublikowano: 1986 12 31



**Twórcy wynalazku:** Tadeusz Skwarski, Lidia Pietrzak, Andrzej Dems

**Uprawniony z patentu tymczasowego:** Politechnika Łódzka,  
Łódź (Polska)

### **Sposób otrzymywania nowych aminoalkoholi**

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowych aminoalkoholi o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza rodnik alkilowy, zawierający 2-3 atomów węgla w cząsteczce, R'' oznacza rodnik związku dwuwodorotlenowego alifatycznego lub aromatycznego, zaś  $n = 1-4$ .

Sposób otrzymywania nowych aminoalkoholi o wzorze ogólnym 1, w którym R', R'', n mają wyżej podane znaczenie, według wynalazku polega na tym, że epichlorohydrynę poddaje się reakcji ze związkami dwuwodorotlenowymi alifatycznymi lub aromatycznymi, w obecności ługu sodowego, w temperaturze 55-110°C, ewentualnie w atmosferze azotu, w ciągu 3-7 godzin, przy czym stosuje się 4-10 moli epichlorohydryny i 2 mole ługu sodowego na 1 mol związku dwuwodorotlenowego, a otrzymany w wyniku reakcji eter dwuglicydowy poddaje się reakcji adycji z drugorzędowymi aminami o wzorze ogólnym 2, w którym R' ma wyżej podane znaczenie, użytymi z 2-3-krotnym nadmiarem, w obecności alkoholu izopropylowego jako rozpuszczalnika i równocześnie katalizatora, stosowanego w ilości 2-3 mole na 1 mol aminy, w temperaturze 40-60°C, w ciągu 0,5-1 godziny.

Związki otrzymane sposobem według wynalazku znajdują zastosowanie jako komonomery modyfikujące własności poliestrów, zwłaszcza politereftalanu etylenowego w celu nadania tym poliestrom oraz wyrobom z nich wykonanym zdolności barwienia barwnikami kwasowymi oraz własności elektrostatycznych. Dzięki obecności w tych związkach grup hydroksylowych jest możliwe bowiem wbudowanie tych związków do łańcucha poliestrowego, na przykład na etapie polikondensacji dwuglikolotereftalanu przy syntezie politereftalanu etylenowego. Poprawa wybarwalności barwnikami kwasowymi następuje w wyniku wprowadzenia do poliestrów, wraz ze związkiem modyfikującym, grup aminowych trzeciorzędowych o charakterze zasadowym.

Sposób według wynalazku ilustrują bliżej niżej podane przykłady, nie ograniczając jego zakresu.

**Przykład I.** W kolbie okrągłodennej, zaopatrzonej w miesządkło, wkraplacz i chłodnicę zwrotną umieszczono 22,83 g (0,1 mola) 2,2' -dwi-/4-hydroksyfenylo/propanu/bisfenolu A/ i 92,53g (1 mol) epichlorohydryny, po czym umieszczono kolbę w łaźni olejowej i po doprowadzeniu do niej azotu, ogrzano jej zawartość do temperatury około 110°C. W tej temperaturze, w trakcie intensywnego mieszania, wkroplono w ciągu 3 godzin 40% roztwór 8 g (0,2 mola) wodorotlenku sodowego. Po zakończeniu wkraplania wodorotlenku zawartość kolby mieszano w ciągu 30 minut,

a następnie schłodzono, odsączono chlorek sodowy i zawartość kolby umieszczono w rozdzielaczu. Z oddzielonej fazy organicznej, po przemyciu wodą destylowaną do zaniku jonów chloru, oddestylowano, pod azotem i pod zmniejszonym ciśnieniem, nadmiar epichlorohydryny i wodę. Produkt reakcji — eter dwuglicydowy bisfenolu A w postaci żywicy o żółtym zabarwieniu suszono do stałej masy w suszarce próżniowej.

W kolbie okrągłodennej, zaopatrzonej w mieszadło, wkraplacz i chłodnicę zwrotną umieszczono 17 g eteru dwuglicydowego bisfenolu A i 12,02 g (0,2 mola) alkoholu izopropylowego. Zawartość kolby podgrzano do temperatury 50°C, po czym w trakcie intensywnego mieszania kroplono 7,31 g (0,1 mola) dwuetyloaminy. Po zakończeniu wkraplania zawartość kolby mieszano jeszcze w ciągu 50 minut, po czym oddestylowano pod zmniejszonym ciśnieniem alkohol i nieprzereagowaną dwuetyloaminę. Produkt reakcji suszono w suszarce próżniowej w temperaturze 70°C. Otrzymano 19,5 g produktu w postaci kruchej żywicy o lekko żółtym zabarwieniu. Wyniki analizy elementarnej produktu były następujące: C—73,6%, H—8,6%, N—3,2%, zaś resztę stanowił tlen.

Średnia masa cząsteczkowa produktu oznaczona metodą osmometryczną wynosiła 910, zaś zawartość grup hydroksylowych oznaczona metodą acetylowania wynosiła 6,6%. Widmo w podczerwieni produktu zawierało pasma charakterystyczne dla: trzeciorzędowych grup aminowych przy 1230 i 1030  $\text{cm}^{-1}$ , grup hydroksylowych pochodzących od drugorzędowych alkoholi przy 3620 i 1300  $\text{cm}^{-1}$ , grup metylowych i metylenowych przy 2800-3000, 1465 i 1375  $\text{cm}^{-1}$ , dwupodstawionego pierścienia aromatycznego przy 1600, 1500 i 820  $\text{cm}^{-1}$ , wiązania eterowego C-O przy 1200  $\text{cm}^{-1}$ .

Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, iż produkt jest mieszaniną związków o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza grupę  $\text{C}_2\text{H}_5$ , R'' oznacza grupę  $\text{OC}_6\text{H}_4\text{C}/\text{CH}_3/2\text{C}_6\text{HO}_4$ , zaś  $n=2$  i 3.

Przykład II. W kolbie okrągłodennej, zaopatrzonej w mieszadło, wkraplacz i chłodnicę zwrotną umieszczono 62,07 g (1 mol) glikolu etylenowego i 462,65 g (5 moli) epichlorohydryny, po czym ogrzano zawartość kolby do temperatury 65°C. W tej temperaturze wkroplono w ciągu 5 godzin do kolby 40% roztwór wodny 80,02 g (2 mole) wodorotlenku sodowego. Po zakończeniu wkraplania wodorotlenku zawartość kolby mieszano dalej w temperaturze 65°C w ciągu 30 minut, a następnie ochłodzono, odsączono wytrącony chlorek sodowy i zawartość kolby umieszczono w rozdzielaczu. Do oddzielonej warstwy organicznej dodano 100 ml wody destylowanej i po umieszczeniu jej w kolbie trójszyjnej i podgrzaniu do temperatury 65°C, przepuszczano przez ciecz zawartą w kolbie trójszyjnej dwutlenek węgla do chwili zubożenia środowiska. Schłodzoną zawartość kolby trójszyjnej umieszczono ponownie w rozdzielaczu, a z oddzielonej warstwy organicznej, po przemyciu wodą destylowaną, oddestylowano epichlorohydrynę i wodę pod zmniejszonym ciśnieniem. Produkt reakcji — eter dwuglicydowy glikolu etylenowego, który stanowiła lepka ciecz o żółtym zabarwieniu, suszono w suszarce próżniowej do stałej masy. Postępując, jak w przykładzie I otrzymano, stosując 9,00 g eteru dwuglicydowego glikolu etylenowego, 12,02 g (0,2 mola) alkoholu izopropylowego i 7,31 g (0,1 mola) dwuetyloaminy, 11,50 g produktu w postaci lepkiej żywicy. Wyniki analizy elementarnej produktu były następujące: C—56,6%, H—10,3%, N—5,9%, resztę stanowił tlen. Średnia masa cząsteczkowa produktu oznaczona metodą osmometryczną wynosiła 493, zaś zawartość grup hydroksylowych oznaczona metodą acetylowania wynosiła 11,3%. W widmie w podczerwieni produktu stwierdzono obecność pasm charakterystycznych dla: grup hydroksylowych przy 3500-3600  $\text{cm}^{-1}$  i 1300  $\text{cm}^{-1}$ , trzeciorzędowych amin przy 1230 i 1030  $\text{cm}^{-1}$ , grup metylowych i metylenowych przy 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$ , 1465 i 1375  $\text{cm}^{-1}$  oraz wiązania eterowego C-O przy 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, iż produkt jest mieszaniną związków o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza grupę  $\text{C}_2\text{H}_5$ , R'' oznacza grupę  $\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}$ , zaś  $n=2$  i 3.

Przykład III. Postępując jak w przykładzie II otrzymano, stosując 45,60 g (0,5 mola) butandiolu-1,3, 231,32 g (2,5 mola) epichlorohydryny i 40,01 g (1 mol) wodorotlenku sodowego w postaci 40% roztworu wodnego, eter dwuglicydowy butandiolu-1,3 w postaci lepkiej bezbarwnej cieczy. Reakcję 10,00 g eteru dwuglicydowego butandiolu-1,3 z 7,31 g (0,1 mola) dwuetyloaminy w obecności 12,02 g (0,2 mola) alkoholu izopropylowego prowadzono, jak w przykładzie I. Otrzymano 13,00 g produktu w postaci lepkiej żywicy w stanie ciekłym. Wyniki analizy elementarnej produktu były następujące: C—61,3%, H—11,3%, N—6,5%, zaś resztę stanowił tlen. Średnia masa cząsteczkowa produktu oznaczona metodą osmometryczną wynosiła 425, zaś zawartość grup

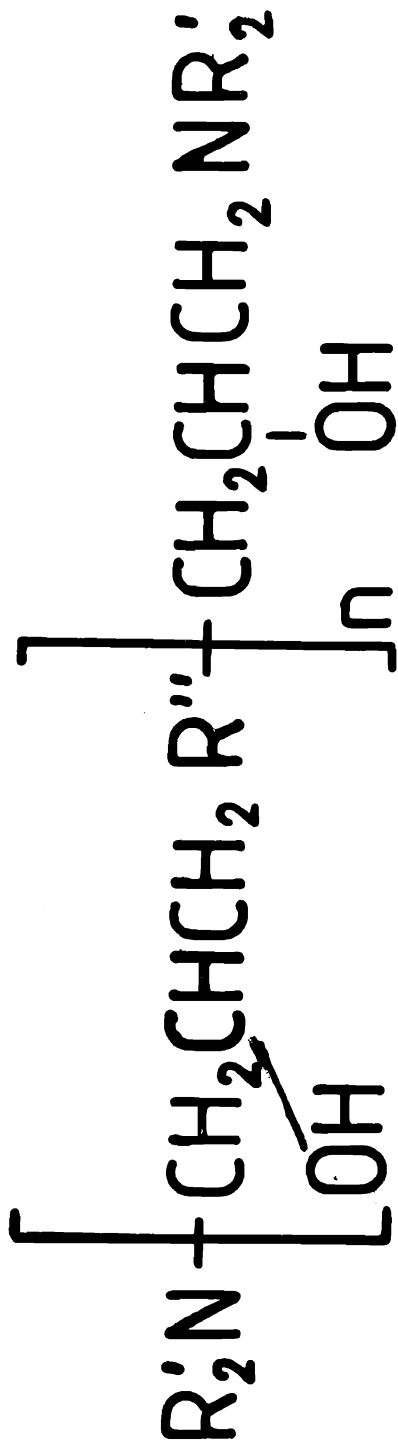
hydroksylowych oznaczona metodą acetylowania wynosiła 10,00%. W widmie w podczerwieni produktu stwierdzono obecność pasm charakterystycznych dla: grup hydroksylowych przy 3500–3600 i 1300  $\text{cm}^{-1}$ , trzeciorzędowych amin przy 1230 i 1030  $\text{cm}^{-1}$ , grup metylowych i metylenowych przy 2800–3000, 1465 i 1375  $\text{cm}^{-1}$  oraz wiązania eterowego C-O przy 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, iż produkt jest mieszaniną związków o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza grupę  $\text{C}_2\text{H}_5$ , R'' oznacza grupę  $\text{OCH}/\text{CH}_3/\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}$ , zaś  $n=1$  i 2.

Przykład IV. Postępując, jak w przykładzie II otrzymano, stosując 13,82 g (0,1 mola) 1,2-dwu-/hydroksymetylo/benzenu, 46,26 g (0,5 mola) epichlorohydryny i 8,00 g (0,2 mola) wodorotlenku sodowego w postaci 40% roztworu wodnego, eter dwuglicydowy glikolu ksylilenowego w postaci lepkiej cieczy o żółtym zabarwieniu. Reakcję 14,5 g eteru dwuglicydowego glikolu ksylilenowego z 7,31 g (0,1 mola) dwuetyloaminy w obecności 12,02 g (0,2 mola) alkoholu izopropylowego prowadzono, jak w przykładzie I. Otrzymano 18,40 g produktu w postaci żywicy w stanie stałym o żółtym zabarwieniu. Wyniki analizy elementarnej produktu były następujące: C—67,4%, H—8,5%, N—3,3%, zaś resztę stanowił tlen. Średnia masa cząsteczkowa produktu oznaczona metodą osmometryczną wynosiła 880, zaś zawartość grup hydroksylowych oznaczona metodą acetylowania wynosiła 8,6%. W widmie w podczerwieni produktu stwierdzono obecność pasm charakterystycznych dla: grup hydroksylowych przy 3500–3600  $\text{cm}^{-1}$  i 1300  $\text{cm}^{-1}$ , trzeciorzędowych amin przy 1230 i 1030  $\text{cm}^{-1}$ , grup metylowych i metylenowych przy 2800–3000  $\text{cm}^{-1}$ , 1465 i 1375  $\text{cm}^{-1}$ , dwupodstawionego w położeniu 1,4 benzenu przy 1540, 1000 i 830  $\text{cm}^{-1}$  oraz wiązania eterowego C-O przy 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, iż produkt jest mieszaniną związków o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza grupę  $\text{C}_2\text{H}_5$ , R'' oznacza grupę  $\text{OCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{O}$ , zaś  $n=3$  i 4.

Przykład V. Postępując, jak w przykładzie II otrzymano, stosując 11,82 g (0,1 mola) 2-metylo-pentandiolu-2,4, 46,26 g (0,5 mola) epichlorohydryny i 8,00 g (0,2 mola) wodorotlenku sodowego w postaci 40% roztworu wodnego, eter dwuglicydowy 2-metylopentandiolu-2,4 w postaci lepkiej bezbarwnej cieczy. Reakcję 15,00 g eteru dwuglicydowego 2-metylopentandiolu-2,4 z 10,97 g (0,15 mola) dwuetyloaminy w obecności 18,03 g (0,3 mola) alkoholu izopropylowego prowadzono, jak w przykładzie I. Otrzymano 26,80 g produktu w postaci lepkiej żywicy o żółtawym zabarwieniu. Wyniki analizy elementarnej produktu były następujące: C—62,5%, H—11,4%, N—6,5%, zaś resztę stanowił tlen. Średnia masa cząsteczkowa produktu oznaczona metodą osmometryczną wynosiła 445, zaś zawartość grup hydroksylowych oznaczona metodą acetylowania wynosiła 9,6%. W widmie w podczerwieni produktu stwierdzono obecność pasm charakterystycznych dla grup hydroksylowych przy 3500–3600  $\text{cm}^{-1}$  i 1300  $\text{cm}^{-1}$ , trzeciorzędowych amin przy 1230 i 1030  $\text{cm}^{-1}$ , grup metylowych i metylenowych przy 2800–3000, 1465 i 1380  $\text{cm}^{-1}$  oraz wiązań eterowych C-O przy 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Na podstawie wykonanej analizy stwierdzono, iż produkt jest mieszaniną związków o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza grupę  $\text{C}_2\text{H}_5$ , R'' oznacza grupę  $\text{OC}/\text{CH}_3/2\text{CH}_2\text{CH}/\text{CH}_3/\text{O}$ , zaś  $n=1$  i 2.

### Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania nowych aminoalkoholi o wzorze ogólnym 1, w którym R' oznacza rodnik alkilowy, zawierający 2-3 atomów węgla w cząsteczce, R'' oznacza rodnik związku dwuwodorotlenowego alifatycznego lub aromatycznego, zaś  $n=1-4$ , **znamienny tym**, że epichlorohydrynę poddaje się reakcji ze związkami dwuwodorotlenowymi alifatycznymi lub aromatycznymi, w obecności ługu sodowego, w temperaturze 55–110°C, ewentualnie w atmosferze azotu, w ciągu 3–7 godzin, przy czym stosuje się 4–10 moli epichlorohydryny i 2 mole ługu sodowego na 1 mol związku dwuwodorotlenowego, a otrzymany w wyniku reakcji eter dwuglicydowy poddaje się reakcji addycji z drugorzędowymi aminami o wzorze ogólnym 2, w którym R' ma wyżej podane znaczenie, użytymi z 2-3-krotnym nadmiarem, obecności alkoholu izopropylowego jako rozpuszczalnika i równocześnie katalizatora, stosowanego w ilości 2–3 moli na 1 mol aminy, w temperaturze 40–60°C, w ciągu 0,5–1 godziny.



wzór 1

 $R_2'NH$ 

wzór 2