

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 66 251

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12p,2

Zgłoszono: 05.VIII.1967 (P 143 531)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07d 27/30

Opublikowano: 30.X.1972

UKD

Współtwórcy wynalazku: Piotr Penczek, Agata Nازیębło

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania hydroksykwasów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania hydroksykwasów. Hydroksykwasy według wynalazku nie były dotychczas znane.

Obecnie stwierdzono, że przez reakcję adduktu bezwodnika maleinowego i kwasów żywicznych kalafonii, który składa się głównie z adduktu dienowego bezwodnika maleinowego i kwasu lewopimarowego, z monoalkanoloaminą uzyskuje się hydroksykwasy z cykliczną grupą imidową. Jako monoalkanoloaminy stosuje się najkorzystniej 2-aminoetanol, 1-aminopropanol-2 i 2-aminopropanol, przy czym uzyskuje się hydroksykwasy o budowie na przykład jak we wzorze. Można również stosować mieszaniny wymienionych monoalkanoloamin.

Wyjściowy addukt bezwodnika maleinowego z kwasami żywicznymi kalafonii otrzymuje się w znany sposób przez stopniowe ogrzewanie kalafonii z bezwodnikiem maleinowym do temperatury 240°C. Można wydzielić czysty addukt dienowy bezwodnika maleinowego i kwasu lewopimarowego, czyli tak zwany kwas maleopimarowy, przed reakcją z monoalkanoloaminą przez krystalizację, nie jest to jednak konieczne.

Dogodnym sposobem wytwarzania hydroksykwasów według wynalazku o budowie na przykład jak we wzorze jest ogrzewanie monoalkanoloamin z adduktem kwasów żywicznych kalafonii i bezwodnika maleinowego w stosunku 1:1, korzystnie w roztworze dwumetyloformamidu lub dwumetylo-

2

acetamidu. Można także stosować inne rozpuszczalniki, np. metanol lub etanol.

Po zakończeniu reakcji wydziela się hydroksykwasy najkorzystniej przez oddestylowanie rozpuszczalnika wraz z powstałą w reakcji wodą lub przez wytrącenie nierozpuszczalnikami, np. wodą. Uzyskane hydroksykwasy można oczyścić przez krystalizację z rozpuszczalników organicznych, np. z rozcieńczonego metanolu.

Hydroksykwasy wytwarzane sposobem według wynalazku można stosować jako półprodukty do dalszych syntez, a zwłaszcza do wytwarzania polimerów.

Przykład I. 2000 g kalafonii balsamicznej topi się przez ogrzanie do temperatury 140°C i dodaje się w tej temperaturze stopniowo przy ciągłym mieszanii i przepuszczaniu suchego gazu obojętnego 616 g bezwodnika maleinowego. Następnie ogrzewa się mieszaninę reakcyjną do temperatury 220°C i wygrzewa w tej temperaturze w ciągu 90 minut. Uzyskuje się surowy addukt dienowy kwasów żywicznych kalafonii z bezwodnikiem maleinowym w postaci kruchej żywicy. 901,5 g otrzymanego adduktu rozpuszcza się w 1200 ml dwumetyloformamidu i wkrapla się w temperaturze 80°C 137,4 g etanoloaminy, przy czym zachodzi egzotermiczna reakcja. Otrzymany roztwór ogrzewa się w ciągu 5 godz w temperaturze 120°C, a następnie oddestylowuje się pod zmniejszonym ciśnieniem dwumetyloformamid wraz z wydziel-

na w wyniku reakcji wodą. Uzyskuje się produkt, którego głównym składnikiem jest hydroksykwasy z cykliczną grupą imidową o budowie jak na rysunku. Temperatura topnienia wynosi 231—232°C po kilkakrotnej krystalizacji z alkoholu etylowego.

Przykład II. 901,5 g adduktu uzyskanego, jak opisano w przykładzie I, rozpuszcza się w 2000 ml wrzącego metanolu i do uzyskanego roztworu wkrapla się 137,4 g etanoloaminy, przy czym zachodzi egzotermiczna reakcja. Roztwór ogrzewa się do wrzenia w ciągu 2 godzin, po czym dodaje się wody do zmętnienia. Po ochłodzeniu uzyskuje się hydroksykwasy identyczny z uzyskanym w przykładzie I.

Przykład III. 443,5 g krystalicznego kwasu maleopimarowego rozpuszcza się w 1000 ml dwumetyloformamidu. Do uzyskanego roztworu wkrapla się w temperaturze 80°C 75 g 1-aminopropanolu-2. Po wygrzewaniu w ciągu 5 godz w temperaturze 120°C produkt wydziela się, jak opisano w przykładzie I, i krystalizuje z rocieńczonego etanolu. Uzyskuje się hydroksykwasy o budowie jak na rysunku z tym, że przy azocie zamiast

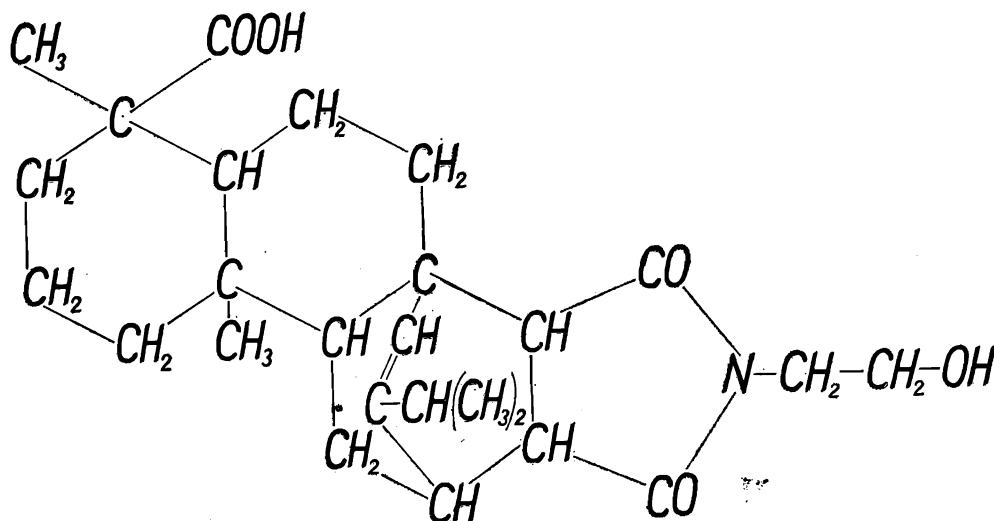
podstawnika $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ jest podstawnik $-\text{CH}_2-\text{CHOH}-\text{CH}_3$. Temperatura topnienia wynosi 198—200°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania hydroksykwasy, **znamienny tym**, że addukt bezwodnika maleinowego z kwasami żywicznymi kalafonii, składający się głównie z adduktu dienowego bezwodnika maleinowego z kwasem lewopimarowym, poddaje się reakcji z monoalkanoloaminą, przy czym otrzymuje się hydroksykwasy z cykliczną grupą imidową.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że reakcję alkanoloaminy z adduktem bezwodnika maleinowego i kwasów żywicznych kalafonii przeprowadza się w roztworze dwumetyloformamidu lub dwumetyloacetamidu.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że jako monoalkanoloaminę stosuje się 2-aminoetanol, 1-aminopropanol-2, 2-aminopropanol lub ich mieszaniny.



Wzór