



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.03.68 (P. 126124)

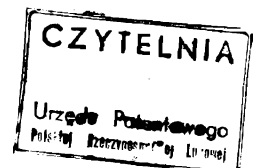
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 15.02.1977

MKP C07d 87/24

Int. Cl.² C07D 295/00



Twórcy wynalazku: Mieczysław Bukała, Stanisław Witek, Stanisław Bogdał

Uprawniony z patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób otrzymywania N-alkilomorfoliny z alkilodwuetanoloaminy

1 Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania N-alkilomorfoliny z alkilodwuetanoloaminy bezciśnieniową metodą w środowisku stężonego kwasu solnego.

Dotychczas znanych jest szereg metod otrzymywania N-alkilomorfoliny. Polegają one między innymi na kondensacji monoalkiaminy z eterem 2,2'-dwuchloroetylowym lub 2,2'-dwujodoetylowym w obecności wodorotlenków alkalicznych w środowisku wodno-alkoholowym, dają one niskie wydajności przy dużej ilości wytworzonych ścieków. Inne ze znanych metod polegają na cyklizacji chlorowodorów alkilodwuetanoloamin zachodzącej przy ogrzewaniu w wyższej temperaturze przez dłuższy czas albo też na odwadnianiu alkilodwuetanoloamin za pomocą kwasu siarkowego lub 20% oleum. Metody te wymagają wielogodzinnego ogrzewania masy reakcyjnej, użycia dużej ilości kwasu siarkowego lub oleum oraz wodorotlenku sodu potrzebnego do wyparcia N-alkilomorfoliny z masy reakcyjnej, a to prowadzi do powstania dużej ilości szkodliwych ścieków. Niektóre z tych metod dają ponadto niskie wydajności, a otrzymane N-alkilomorfoliny są zanieczyszczone produktami ubocznymi reakcji.

Celem wynalazku jest szybka metoda otrzymywania N-alkilomorfolin z alkilodwuetanoloamin, gdzie rodnikiem alkiowym jest rodnik metylowy, etylowy, izopropylowy, n-propylowy lub n-butyłowy, dająca produkt o wysokiej czystości przy ograni-

2 czeniu do minimum zużycia surowców pomocniczych.

5 Cel ten został osiągnięty przez ogrzewanie chlorowodoru alkilodwuetanoloaminy lub chlorowodoru surowego produktu oksyetylowania alkioloaminy uwolnionej od alkioloetanololoaminy, w temperaturze 160—230°C, w ciągu 1 — 5 godzin, przy ciągłym przepływie chlorowodoru lub roztworu kwasu solnego o stężeniu 15 — 40% z szybkością 0,1 — 10 20 ml/mol. min, a następnie zobojętnienie masy reakcyjnej wodorotlenkiem sodu i wydzielenie N-alkilomorfoliny w znany sposób.

15 Zasadnicze korzyści techniczne wynikające z zastosowania sposobu otrzymania N-alkilomorfolin według wynalazku to: 1) wysoka wydajność i wysoka czystość produktu, 2) krótki czas reakcji, 3) niskie zużycie surowców pomocniczych i 4) mała ilość szkodliwych ścieków.

20 Wynalazek jest bliżej wyjaśniony na przykładach:

25 **Przykład I.** Do reaktora zaopatrzonego w nasadkę połączoną z chłodnicą i odbieralnikiem wprowadza się 119 g (1 mol) N-metylodwuetanoloaminy, a następnie 102 g 36 procentowego kwasu solnego. Powstałą masę reakcyjną ogrzewa się następnie do temperatury 198 — 202°C i w sposób ciągły do dolnej części reaktora doprowadza się 36 procentowy kwas solny z szybkością 1 ml/min. Kwas solny odparowany z reaktora skrapla się w chłodnicy i zbiera w odbieralniku. Po 2,5 godzinnym ogrze-

waniu produkt reakcji wprowadza się do neutralizatora i zobojętnia nadmiarem (45 g) wodorotlenku sodowego. Następnie w znany sposób wydziela się N-metylomorfolinę z alkalicznego roztworu chlorku sodu. Zebrany w odbieralniku kwas solny zużywa się do zobojętnienia następnej partii metyldwuetanoloaminy. Otrzymuje się 83 g N-metylomorfoliny o czystości około 99%.

Przykład II. Do reaktora jak w przykładzie I wprowadza się 120 g surowego produktu oksyetylowania metyloaminy uwolnionej od metyloetanoloaminy na drodze destylacji i zobojętnia wobec oranżu metylowego 36% kwasem solnym. Postępując dalej jak opisano w przykładzie I otrzymuje się 65 g N-metylomorfoliny o czystości 95%, którą daje się łatwo oczyścić przez destylację pod ciśnieniem normalnym.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania N-alkilomorfoliny z alkilodwuetanoloaminy, gdzie rodnikiem alkilowym jest rodnik metylowy, etylowy, izopropylowy, n-propylowy lub n-butyłowy, **znamienny tym**, że przez masę reakcyjną, którą stanowi chlorowodorek alkilodwuetanoloaminy lub chlorowodorek surowego produktu oksyetylowania alkiloaminy pozbawionego alkiloetanoloaminy, ogrzaną do temperatury 160 — 230°C, przez 1 — 5 godzin przepuszcza się w sposób ciągły, pod ciśnieniem normalnym, gazowy chlorowódór lub roztwór kwasu solnego o stężeniu 15 — 40% z szybkością 0,1 — 20 ml/mol. min, a otrzymany chlorowodorek N-alkilomorfoliny w znany sposób zobojętnia się ługiem i wydziela N-alkilomorfolinę.