

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

71457

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.02.1972 (P. 153691)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 16.09.1974

Kl. 12q, 1/01
12q, 32/01

MKP C07d 87/16
C07d 91/02

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Julian Mirek, Mieczysław Adamus
Uprawniony z patentu tymczasowego: Krakowskie Zakłady Farmaceutyczne
„Polfa”, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu (I).

Znany jest sposób wytwarzania N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu (Monatshshte für Chemie, tom 95 str 922, 1964) poprzez reakcję 3-metyloaminopropanolu z bromkiem etylenu.

Niedogodnością znanego sposobu jest uzyskiwanie produktu reakcji w postaci lepkiej masy, trudnej do oczyszczania, z której po ekstrakcji i destylacji uzyskuje się związek (I) ze stosunkowo niską, 36% wydajnością. Stwierdzono doświadczalnie, że niska wydajność jest spowodowana tym, że reakcja przy użyciu bromku etylenu przebiega za daleko z wytworzeniem produktów polikondensacji.

Celem wynalazku jest sposób wytworzenia, z wysoką wydajnością, N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu poprzez nową metodę otrzymywania półproduktu, to jest 3-metyloaminopropanolu, oraz optymalizację reakcji chlorowania 3-metyloaminopropanolu przez zastosowanie chlorku etylenu zamiast dotychczas stosowanego bromku etylenu, przy użyciu którego uzyskiwano bardzo niskie wydajności (36%).

Sposobem według wynalazku na chlorohydrynę trójmetylenową działa się 6–7-krotnym nadmiarem wodnego roztworu metyloaminy w temperaturze 120–130°C. W wyniku reakcji uzyskuje się metyloaminopropanol, który zadaje się chlorkiem etylenu w stosunku molowym 1,5 mola metyloaminopropanolu na 1 mol chlorku etylenu w temperaturze 120°–130°C. Po wydzieleniu w znany sposób, uzyskuje się N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanol z wydajnością 60–65% wydajności teoretycznej.

Przykład I. Do autoklawu ładuje się 94,54 g chlorohydryny trójetylenowej i 231,42 g metyloaminy w postaci roztworu wodnego. Zawartość autoklawu ogrzewa się do temperatury 130°–150°C i utrzymuje w tej temperaturze przez 7 godzin. Po tym czasie zawartość autoklawu chłodzi się i oddestylowuje nadmiar metyloaminy i wody. Pozostałość zadaje się 200 ml alkoholu etylowego i 40 g wodorotlenku sodowego, ogrzewa się w refluksie przez 0,5 godziny, ochładza, sączy i przesącz poddaje destylacji frakcjonowanej.

Frakcję właściwą, 3-metyloaminopropanol, odbiera się w temperaturze 78–82°C. 132,18 g tak uzyskanego metyloaminopropanolu zadaje się 49,48 g chlorku etylenu i ogrzewa do temperatury 120–130°C przez 7 godzin. Po tym czasie produkt reakcji zadaje się 52 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 150 ml wody i ekstra-

huje benzenem. Z ekstraktu benzenowego oddestylowuje się benzen, a surowy N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanol poddaje się destylacji próżniowej. Frakcję właściwą odbiera się w temperaturze 150–155°C przy próżni 3 mm Hg. W wyniku otrzymuje się 91 g N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu, co stanowi 65% wydajności teoretycznej w stosunku do metyloaminopropanolu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanolu przez reakcję 3-metyloamino-propanolu z halogenkiem etylenu, znamienny tym, że na chlorohydrynę trójmetylenową działa się 6-7-krotnym nadmiarem wodnego roztworu metyloaminy, uzyskany produkt poddaje się reakcji z chlorkiem etylenu w stosunku molowym 1,5 mola : 1 mol, po czym w znany sposób wydziela powstały N,N'-dwumetyloetylenodwuamino-N,N'-bis-propanol.