

Opublikowano dnia 25 stycznia 1958 r.



CO4d 51/70

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40432

Kl. 12 p, 6

Akademia Medyczna w Łodzi *)
(Wydział Farmaceutyczny—Zakład Technologii Chemicznej
Środków Lecznicych)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania piperazyny i jej pochodnych

Patent trwa od dnia 21 stycznia 1957 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania piperazyny lub jej pochodnych.

Piperazynę wytwarzano dotychczas kilkoma sposobami.

Najbardziej rozpowszechniona jest metoda polegająca na odwodnieniu N- β -hydroksyetyloetylenodwuaminy, wytwarzanej przez kondensację etylenodwuaminy z etylenochlorohydryną lub z tlenkiem etylenu. Wydajność procesu przy zastosowaniu tej metody jest mała i nie przekracza 45—50% wydajności teoretycznej.

Stwierdzono, że wytwarza się piperazynę lub jej pochodne z większą wydajnością i przy zastosowaniu tańszych surowców, jeżeli poddaje się kondensacji haloidki etylenu z etanoloaminą, a produkt reakcji stapia się, po czym ze stopu wyodrębnia się piperazynę znanymi metodami.

Sposób według wynalazku polega na tym, że

etanoloaminę ogrzewa się z haloidkiem etylenu, przy czym jako główny produkt reakcji tworzy się N,N' - bis - β - hydroksyetyloetylenodwuamina. Masę reakcyjną po wyodrębnieniu z niej nadmiaru etanoloaminy stapia się w temperaturze 200—300°C. Z uzyskanego stopu wyodrębnia się piperazynę lub jej pochodne znanymi metodami.

Zamiast stapiania masy reakcyjnej otrzymywanej z etanoloaminy i haloidku etylenu, stosuje się według wynalazku również stapianie N,N' - bis - β - hydroksyetyloetylenodwuaminy, stanowiącej główny produkt reakcji haloidku etylenu z etanoloaminą.

W celu przyspieszenia przebiegu procesu cykliczacji podczas stapiania, do stopu dodaje się ewentualnie substancji odciągającej wodę, np. chlorku cynkowego lub chlorku amonowego.

Przykład I. W kolbie z trzema szyjkami, zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę zwrotną, wkraplacz i termometr, umieszcza się 305 g (5 moli) etanoloaminy i po ogrzaniu jej do tem-

* Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Tadeusz Tkaczyński.

peratury 75–78°C wkrapla się, przy mieszaniu i utrzymywaniu temperatury w podanych granicach, 100 g (4 mol) chlorku etylenu. Po zakończeniu reakcji do mieszaniny reakcyjnej dodaje się 80 g wodorotlenku sodowego, a następnie alkoholu, w celu lepszego wytrącenia chlorku sodowego, który odsacza się. Z przesączu w wyniku destylacji otrzymuje się 195 g (3,2 mola) nieprzereagowanej etanoloaminy. Po zostawieniu, po przeprowadzeniu w chlorowoderek za pomocą kwasu solnego lub chlorku amonowego, stapia się w temperaturze 260°C. Z otrzymanego stopu wyodrębnia się znanymi metodami 100 g chlorowodoru piperazyny.

Przykład II. 221 g chlorowodoru N,N'-bis-β-hydroksyetyloetylenodwuaminy ogrzewa się do temperatury 260°C i utrzymuje ją w ciągu 3 godzin. Otrzymany stop łąguje się wodą. Powstały roztwór odbarwia się węglem aktywnym i zateża do krystalizacji. Otrzymuje się 110 g chlorowodoru piperazyny, który znanymi metodami ewentualnie przeprowadza się w wolną piperazynę.

Przykład III. 221 g chlorowodoru N,N'-bis-β-hydroksyetyloetylenodwuaminy ogrzewa się do temperatury 200°C i utrzymuje ją w granicach 200–210°C w ciągu około 3 godzin. Otrzymany stop łąguje się wodą, a otrzymany roztwór odbarwia węglem aktywnym i zateża do krystalizacji. Do powstałej mieszaniny reakcyjnej dodaje się 80 g wodorotlenku sodowego,

w celu uwolnienia amin, które następnie ekstrahuje się alkoholem. W wyniku otrzymuje się 22 g piperazyny i 30 g N-β-hydroksyetylo-piperazyny, a resztę stanowią inne pochodne piperazyny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania piperazyny i jej pochodnych, znamienny tym, że etanoloaminę ogrzewa się z haloidkiem etylenu, a po wyodrębnieniu nadmiaru etanoloaminy, masę reakcyjną stapia się w temperaturze 200–300°C, po czym ze stopu wyodrębnia się wytworzoną piperazynę znanymi metodami.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stapianiu poddaje się N,N'-bis-β-hydroksyetyloetylenodwuaminę, stanowiącą główny produkt reakcji etanoloaminy z haloidkiem etylenu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że przy stapianiu masy reakcyjnej dodaje się do niej substancji odciągającej wodę.

Akademia Medyczna w Łodzi
(Wydział Farmaceutyczny —
Zakład Technologii Chemicznej
Środków Leczniczych)

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych