

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 246993 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **442771**

(22) Data zgłoszenia: **2022.11.09**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2024.05.13 BUP 20/2024**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2025.04.22 WUP 16/2025**

(51) MKP:

C10L 1/226 (2006.01)

C10L 7/02 (2006.01)

C01B 21/08 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:
**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ-INSTYTUT
LOTNICTWA, Warszawa, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:
**WIOLETA KOPACZ, Józefosław, PL
ANNA KASZTANKIEWICZ, Warszawa, PL
GRZEGORZ RARATA, Geel, BE**

(74) Pełnomocnik:
rzecz. pat. Maciej Bocheński, Warszawa, PL

(54) Tytuł:

Sposób otrzymywania azydku 2-dimetyaminoetylu

PL 246993 B1

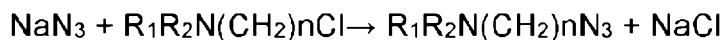
Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania azydku 2-dimetyaminoetylu będącego składnikiem ciekłych paliw dwuskładnikowych oraz paliw hipergolicznych do zastosowań w branży kosmicznej.

Azydek 2-dimetyaminoetylu (DMAZ) najczęściej stosowany jest w układach DMAZ/nadtlenek wodoru, DMAZ/dymiący kwas azotowy (WFNA), DMAZ/inhibitowany czerwony dymiący kwas azotowy (IR-FNA), DMAZ/tetratlenek diazotu (N₂O₄), zamiennik dla hydrazyny, monometylohydrazyny (MMH) i asymetrycznej dimetylohydrazyny (UDMH) ze względu na zbliżone właściwości fizykochemiczne, a przy tym nie toksyczny, niekancerogenny i bezpieczniejszy w użyciu.

Patent U.S. 6 013 143 kierując się jedną z zasad zielonej chemii, a mianowicie stosowaniu produktów chemicznych w taki sposób, aby zachować skuteczność działania przy jednoczesnym zmniejszeniu toksyczności, proponuje wykorzystanie mniej toksycznych zamienników hydrazyny i MNH sugerując grupę związków chemicznych charakteryzujących się obecnością trzeciorzędowego atomu azotu oraz grupy azydkowej w ich cząsteczkowej budowie, proponując DMAZ jako paliwo hipergoliczne w kontakcie z IRNF.

Azydki trzeciorzędowych amin otrzymuje się w reakcji halogenu (głównie chlorku) odpowiedniej aminy z azydkiem sodu w reakcji podstawienia nukleofilowego przebiegającego według mechanizmu SN₂.



Obecnie trzy komercyjne firmy zajmują się syntezą DMAZu. 3M Company i Parchem w USA oraz Jakusz w Polsce. Skala produkcji tej pierwszej jest mała (ok. 100 kilogramowe reaktory), a szczegóły procesu nie są rozpowszechnione.

DMAZ jako pierwszy został otrzymany przez niemieckich chemików. Gunter Paulus Schiemenz i Herman Engelhard. W artykule „Trimethoxyphenylverbindungen I. Synthese von Aminoamiden über gemischte Anhydride” opublikowanym w 1959 r. DMAZ otrzymali na skutek potraktowania 0,1 mol chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy 0,2 mol azydkiem sodu w 55 ml wody i utrzymywano reakcję w temperaturze wrzenia przez 8 godzin. Po ochłodzeniu roztworu reakcyjnego zobojętniono go w przeciągu 2,5 h wodnym roztworem wodorotlenku sodu (4 g w 15 ml) a następnie ekstrahowano eterem. DMAZ zateżono w procesie destylacji przy 40–60°C temperatury łaźni i ciśnieniu 16 Torr. Osiągnięto wydajność syntezy 45%. Do tego sposobu syntezy odnosili się również Yanqiang Zhang i inni w artykule „Ionic liquid as hypergolic Fuels”, Shahram G. Pakdehi i inni w artykule „The Effect of Some Amines on Ignation Delay Time of Dimethyl Amino Ethyl Azide (DMAZ) and White Fuming Nitric Acid (WFNA)” oraz Reza Fareghi-Alamari i inni w artykule „Synthesis and hypergolic activity evaluation of some new ammonium-imidazolium based ionic liquids”.

Seo-Hyun Jung i Hyung-il Lee w artykułach „Novel Thermoresponsive Polymers Tunable by pH” oraz „Tunable Thermoresponsiveness of Copolymers with Various Amine Groups in the Side Chains” otrzymali DMAZ w reakcji 0,521 mol azydku sodu z 0,174 mol chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy w 200 ml wody. Reakcję prowadzono przez 15 h w temperaturze 80°C. Roztwór zobojętniono wodnym roztworem KOH i ekstrahowano eterem dietylowym. Fazę organiczną suszono siarczanem magnezu. DMAZ oczyszczono poprzez odparowanie rozpuszczalnika. Wydajność procesu 50%.

Zespół badawczy Xuxia Yao w artykule „Fully degradable antibacterial poly(ester-phosphoester)s by ring-opening polymerization, “click” chemistry, and quaternization” opisali sposób syntezy: chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy (0,05 mol) i azydek sodu (0,05 mol) rozpuszczono w 50 ml dejonizowanej wody i potem dodano wodorotlenek potasu (0,075 mol). Całość mieszało przez 5 dni w temperaturze pokojowej. Mieszaninę ekstrahowali dichlorometanem. DMAZ oczyszczono przez ewaporację dichlorometanu pod zmniejszonym ciśnieniem.

Podobnie wychodząc od chlorku alkilu – 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy, którego zespół Kuntarat Arunnrungvichian w artykule „Selectivity Optimization of Substituted 1,2,3-Triazoles as α 7 Nicotinic Acetylcholine Receptor Agonists” ogrzewał przez noc w temperaturze wrzenia z trzema ekwiwalentami azydku sodu w środowisku wodnym, a następnie, po ochłodzeniu do temperatury bliskiej 0°C dodali eter dietylowy oraz 4 ekwiwalenty wodorotlenku sodu, kontynuując mieszanie jeszcze przez 30 min. Mieszaninę ekstrahowali eterem dietylu, a następnie fazę organiczną suszono siarczanem magnezu. Fazę organiczną zateżono odparowując rozpuszczalnik pod zmniejszonym ciśnieniem.

W publikacji WO 2017/087837 A1 opisano procedurę otrzymywania DMAZ w następujący sposób: roztwór zawierający bromowodorek (2-bromoetylo)dimetyloaminy (8,59 mmol), aceton (12 ml) wodę (4 ml), 1,8-diazabicyklo[5.4.0]undec-7-en (17,08 mmol) i azydek sodu (17,23 mmol) mieszano przez 4 h w temperaturze 50°C, po ochłodzeniu do temperatury pokojowej otrzymując DMAZ w roztworze acetonu i wody (0,53 M 16 ml).

De-Ying Zeng w dodatkowych informacjach dołączonych do artykułu „Discovery of Novel 11-Triazole Substituted Benzofuro[3,2-b]quinolone Derivatives as c-myc G-Quadruplex Specific Stabilizers via Click Chemistry” przedstawia możliwość syntezy DMAZu w następujący sposób: do 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy (10 mmol) rozpuszczonej w 15 ml mieszaniny wody z acetonitryl w mieszanych w stosunku 1:1 dodano azydek sodu (20 mmol) i ogrzewano w 80°C przez 6–10 h. Po zakończeniu reakcji i ochłodzeniu do temperatury pokojowej zobojętniono mieszaninę preakcyjną 2 M roztworem wodorotlenku potasu, a następnie ekstrahowano trzykrotnie przy użyciu eteru dietylowego. Fazę organiczną suszono siarczanem sodu. Rozpuszczalnik odparowano z otrzymaniem produktu z wydajnością 41%.

Zespół badawczy Xiang Li w artykule „Click Chemistry’ Synthesis of Novel Natural Product-Like Caged Xanthenes Bearing a 1,2,3-Triazole Moiety with Improved Druglike Properties as Orally Active Antitumor Agents,„ otrzymują DMAZ w następujący sposób: do roztworu 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy (4 mmol) w wodzie (30 ml) dodano węglan sodu (12 mmol) i azydek sodu (6 mmol). Mieszaninę reakcyjną mieszano przez 10 h w temperaturze 75°C, a następnie ochłodzili do temperatury pokojowej by ekstrahować trzykrotnie 15 ml dichlorometanu. Warstwę organiczną oddzielono, przemyto solanką i suszono siarczanem magnezu, a następnie zatężono.

Dwuetapową ścieżkę syntezy obrał zespół badawczy Chunsheng Xiao w artykule Side Chain Impacts on pH- and Thermo-Responsiveness of TertiaryAmine Functionalized Polypeptides”. Rozpuszczony w 30 ml chloroformu N,N-dimetylhylaminoethanol (20 mmol) przekształcili w chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy wkraplając roztwór chlorku tionylu (30 mmol) w chloroformie (8 ml) w temperaturze bliskiej zeru. Po wprowadzeniu czynnika chlorującego ogrzewano w temperaturze wrzenia przez 4 h. Rozpuszczalnik odparowano pod zmniejszonym ciśnieniem, a osad rozpuszczono w etanolu. Chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy wytracono za pomocą eteru dietylowego. W drugim etapie chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy rozpuszczono w wodzie (60 ml) i dodano azydek sodu (60 mmol). Całość mieszano przez 24 h w temperaturze 80°C. Po ochłodzeniu mieszaninę reakcyjną zalkalizowano do pH=10 za pomocą wodorotlenku potasu i ekstrahowano trzykrotnie 50 ml eteru dietylowego. Fazę organiczną suszono siarczanem magnezu. DMAZ oczyszczono poprzez ewaporację pod zmniejszonym ciśnieniem. Wydajność 56%.

Stefani Beatrice Heimsch w opublikowanej pracy doktorskiej „Azido Liquids as Potential Hydrazine Replacements in a Hypergolic Bipropulsion System” proponuje syntezę DMAZ w reakcji dwuetapowej. Pierwszy etap to chlorowanie N,N-dimetylhylaminoethanolu za pomocą chlorku tionylu z otrzymaniem chlorowodoru 2-chloro-2-dimetylaminoetylu z niemalże 100% wydajnością. W drugim etapie grupa chlorkowa w chlorowodoru 2-chloro-2-dimetylaminoetylu (4,22 g, 29,2 mmol) zostaje podstawiona za pomocą 2,5 azydku sodu (6,02, 92,6 mmol) stosując zoptymalizowane warunki reakcji: 35 ml wody, temperaturze 50°C w ciągu 2 dni. Po odsoleniu za pomocą NaOH do osiągnięcia pH=10, ekstrahowano czterokrotnie 15 ml dichlorometanem, a następnie przemyto solanką, i oddestylowano rozpuszczalnik otrzymując produkt końcowy z wydajnością 75%. Badaczka twierdzi, że skrócenie czasu reakcji wiązało się z osiągnięciem wydajności na poziomie 25%.

Wychodząc również od N,N-dimetylhylaminoethanolu zespół Yann Bernhard’a w artykule „Direct subphthalocyanine conjugation to bombesin: Vs. indirect conjugation to its lipidic nanocarrier. Organic & Biomolecular Chemistry” otrzymał DMAZ w ścieżce trzyetapowej. Reakcję chlorowania N,N-dimetylhylaminoethanolu (199 mmol) przeprowadzili w obecności wkraplanego w niskiej temperaturze chlorku tionylu (200 mmol) w ciągu 3 h i w temperaturze pokojowej, wytrącając chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy za pomocą etanolu (100 ml) z wydajnością 32%. Ten następnie (2 g chlorowodorek 2-N,N-dimetyloetyloaminy) poddali dehydrohalogenacji w środowisku wodnym (10 ml) w 10 min reakcji z węglanem sodu (28,3 mmol) prowadzoną w warunkach pokojowych, otrzymując po ekstrakcji eterem dietylowym (3x10 ml) i ewaporacji pod zmniejszonym ciśnieniem zasadową 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminę. W kolejnym kroku 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminę (4,65 mmol) traktowano azydkiem sodu (10,31 mmol) w środowisku wodnym (12,5 ml) przez 40 h w temperaturze 60°C reakcji SN2. Po ochłodzeniu do niskiej temperatury wprowadzono 0,5 g wodorotlenku potasu, ekstrahowano eterem dietylowym (2 x 25 ml). Fazę organiczną suszono siarczanem magnezu, a następnie zatężono otrzymując DMAZ z wydajnością 60%.

Warunki syntez znanych z literatury przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Porównanie warunków syntez przedstawionych w literaturze.

Lp.: 1. Azydek sodu [ekwiwalent] 2. Chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy [ekwiwalent] 3. Zasada (ekwiwalent), 4. Stosunek woda/liczba moli chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy [ml/mol], 5. Temperatura [°C], 6. Czas [h], 7. Czas zobojętniania [h], 8. Ekstrahent, 9. Ilość ekstrahenta [ml], 10. Wydajność [%]

Lp.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Schiemenz	2	1	1	550:1	100	8	2,5	eter	bd	45
Lee	3	1	bd	1149:1	80	15	bd	eter dietylowy	bd	bd
Yao	1	1	1,5	1000:1	RT	120	bd	dichlorometan	bd	bd
Arunnrungvichian	3	1	4	bd	100	no c	30 min	eter dietylu	bd	bd
Zeng	2	1	bd	1500*:1	80	6-8	bd	eter dietylowy		41
Li	1,5	1	6	7500:1	75	10	bd	dichlorometan	45	bd
Xiao	3*	1	do uzyskania pH =10	3000:1	80	24	bd	eter dietylowy	150	56
Heimsch	3	1	do uzyskania pH =10	1207:1	50	48	bd	dichlorometan	60	75
Bernhard	2,2	1	1,9	2688:1	60	40	bd	eter dietylowy	50	60

bd – brak danych

RT – temperatura pokojowa

Zielona chemia wyznacza priorytetowe działania podejmowane dla zapewnienia zrównoważonego rozwoju w przemyśle chemicznym, co dotyczy również sektora kosmicznego. Fundamenty zielonej chemii mają na celu otrzymywanie produktów chemicznych nie wpływających niekorzystnie na środowisko naturalne, także w sposób przyjazny dla środowiska, czyli eliminującego bądź redukującego użycie niebezpiecznych substancji. Jednakże obecnie nie zarejestrowano działań, w których DMAZ podlegałby weryfikacji pod względem zasad zielonej chemii, poprawiającym sposób jego otrzymywania w taki sposób, aby uczynić go mniej szkodliwym dla środowiska.

Niniejszy wynalazek prezentuje bezpieczniejszy proces produkcyjny DMAZu, spełniający cztery założenia zielonej chemii. Pierwszy to zapobieganie powstawaniu odpadów poprzez redukcję ich ilości, zwłaszcza odpadów uwodnionych, mogących szybko rozprzestrzenić się w środowisku i mogących dotyczyć dużego obszaru. Drugi to ograniczenie stosowania zbędnych rozpuszczalników i substancji pomocniczych, zwłaszcza występujących na liście związków chemicznych podlegającym restrykcji REACH lub takich, które mogą stanowić zagrożenie np. pożarem. Trzeci z nich to maksymalne wykorzystanie wszystkich reagentów wykorzystanych w procesie. Czwarty to podniesienie efektywności energetycznej poprzez skrócenie czasu reakcji i zobojętniania oraz obniżenie temperatury procesu.

Niniejszy wynalazek dotyczy mniej szkodliwej dla środowiska syntezy DMAZ. Sposób według wynalazku polega na tym, że do chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy dodaje się wodę w ilości od 140 ml H₂O/1 mol chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy do 280 ml H₂O/1 mol chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy i po rozpuszczeniu substratu wprowadza się azydek sodu w ilości od 1,01:1 do 1,5:1 (mol/mol) w stosunku do ilości chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy. Mieszaninę reakcyjną podgrzewa się do temperatury 80–100°C i miesza pod chłodnicą zwrotną przez 10 minut – 2 godzin, a następnie produkt reakcji chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli wkrapla wodny roztwór wodorotlenku nieorganicznego o stężeniu 25–40%, zawierającego od 0,9 ekwiwalentu wodorotlenku /1 ekwiwalent chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy do 1,55 ekwiwalentu wodorotlenku/-

/1 ekwiwalent chlorowodorku 2-N,N-dimetyloetyloaminy. Po zakończeniu dozowania wodorotlenku układ miesza się jeszcze przez 15 do 90 minut, powstałe dwie fazy rozdziela się w rozdzielniku, a otrzymaną oleistą ciecz destyluje.

Korzystnie wodą jest woda destylowana, woda technologiczna lub woda procesowa.

Korzystnie ilość wody wynosi 180 ml wody/1 mol chlorowodorku 2-N,N-dimetyloetyloaminy.

Korzystnie stosunek azydku sodu do chlorowodorku 2-N,N-dimetyloetyloaminy 1,04:1 (mol/mol).

Korzystnie temperatura prowadzenia reakcji wynosi 90°C.

Korzystnie czas mieszania po osiągnięciu temperatury prowadzenia reakcji wynosi 15 minut.

Korzystnie nieorganiczną zasadą jest wodorotlenek sodu, wodorotlenek potasu, wodorotlenek wapnia, wodorotlenek magnezu, najkorzystniej wodorotlenek sodu.

Korzystnie stosuje się wodny roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 33%.

Korzystnie ilość wodorotlenku nieorganicznego wynosi 1 ekwiwalent/1 ekwiwalent chlorowodorku 2-N,N-dimetyloetyloaminy.

Korzystnie czas mieszania po wkropleniu roztworu wodorotlenku nieorganicznego wynosi 20 minut.

Nieoczekiwanie okazało się, że redukcja ilości wody potrzebnej do przeprowadzenia reakcji podnosi wydajność procesu, jak również korzystnie wpływa na rozdział faz DMAZ : woda. Pozwala to na całkowitą eliminację substancji pomocniczych typu organicznych rozpuszczalników, pełniących rolę ekstrahentów dla DMAZ, jak m.in. objęty restrykcjami REACH dichlorometan, czy stwarzający wysokie ryzyko sytuacji niepożądanych tyłu zapłon, pożar, wybuch, m.in. eter dietylowy. Ponadto okazało się, że przy takim doborze ilości reagentów wymagany czas prowadzenia reakcji i zobojętniania ulega znacznemu skróceniu. Pozwala to na znaczne zmniejszenie ilości energii niezbędnej do utrzymania warunków prowadzenia procesu. Czystość DMAZ po destylacji oceniona metodą chromatografii gazowej wynosi 99,8%.

Przykład 1. Do kolby reakcyjnej wprowadzono (720 g, 5 mol) chlorowodorku 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy i dodano 1200 ml wody destylowanej. Po rozpuszczeniu substratu wprowadzono (340 g, 5,2 mol) azydku sodu. Układ podgrzano do 100°C i mieszano pod chłodnicą zwrotną przez 15 min. Ochłodzono kolbę reakcyjną do temperatury pokojowej i powoli wkraplano 33% wodny roztwór wodorotlenku sodu (200 g NaOH, 1 ekwiwalent, rozpuszczony w 400 ml wody). Po zakończeniu dozowania wodorotlenku sodu układ mieszało jeszcze przez 20 min. Powstałe 2 fazy rozdzielono w rozdzielniku. DMAZ oczyszczono poprzez destylację. Otrzymano oleistą ciecz o czystości 99,8% z 71% wydajnością.

Przykład 2. Do kolby reakcyjnej wprowadzono (720 g, 5 mol) chlorowodorku 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy i dodano 1100 ml wody destylowanej. Po rozpuszczeniu substratu wprowadzono (340 g, 5,2 mol) azydku sodu. Układ podgrzano do 90°C i mieszano pod chłodnicą zwrotną przez 20 min. Ochłodzono kolbę reakcyjną do temperatury pokojowej i powoli wkraplano 33% wodny roztwór wodorotlenku sodu (200 g NaOH, 1 ekwiwalent, rozpuszczony w 400 ml wody). Po zakończeniu dozowania wodorotlenku sodu układ mieszało jeszcze przez 20 min. Powstałe 2 fazy rozdzielono w rozdzielniku. DMAZ oczyszczono poprzez destylację. Otrzymano oleistą ciecz o czystości 99,8% z 72% wydajnością.

Przykład 3. Do kolby reakcyjnej wprowadzono (720 g, 5 mol) chlorowodorku 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy i dodano 1100 ml wody destylowanej. Po rozpuszczeniu substratu wprowadzono (340 g, 5,2 mol) azydku sodu. Układ podgrzano do 80°C i mieszano pod chłodnicą zwrotną przez 90 min. Ochłodzono kolbę reakcyjną do temperatury pokojowej i powoli wkraplano 33% wodny roztwór wodorotlenku sodu (200 g NaOH, 1 ekwiwalent, rozpuszczony w 400 ml wody). Po zakończeniu dozowania wodorotlenku sodu układ mieszało jeszcze przez 20 min. Powstałe 2 fazy rozdzielono w rozdzielniku. DMAZ oczyszczono poprzez destylację. Otrzymano oleistą ciecz o czystości 99,8% z 72% wydajnością.

Przykład 4. Do kolby reakcyjnej wprowadzono (720 g, 5 mol) chlorowodorku 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy i dodano 1300 ml wody destylowanej. Po rozpuszczeniu substratu wprowadzono (340 g, 5,2 mol) azydku sodu. Układ podgrzano do 100°C i mieszano przez 1,5 h. Ochłodzono kolbę reakcyjną do temperatury pokojowej i powoli wkraplano 33% wodny roztwór wodorotlenku sodu (300 g NaOH, 1,5 ekwiwalent rozpuszczony w 600 ml wody). Po zakończeniu dozowania wodorotlenku sodu układ mieszało jeszcze przez 20 min. Powstałe 2 fazy rozdzielono w rozdzielniku. DMAZ oczyszczono poprzez destylację. Otrzymano oleistą ciecz o czystości 99,8% z 73% wydajnością.

Wykonane przykłady otrzymywania DMAZ o zredukowanej szkodliwości dla środowiska według wynalazku w różnych warunkach przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2

azydek sodu [ekwiwalent]	chlorowodorek 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy [ekwiwalent]	zasada [ekwiwalent]	stosunek woda/liczba moli chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy [ml/mol]	temperatura [°C]	czas [h]	czas zubożenia [min]	Wydajność [%]
1,04	1	1	240:1	100	0,25	20	71
1,04	1	1	220:1	100	0,25	20	70
1,04	1	1	220:1	90	0,33	20	72
1,04	1	1	220:1	80	1,5	20	72
1,04	1	1	180:1	100	0,25	20	70
1,01	1	1	220:1	100	0,25	20	70
1,5	1	1	260:1	100	0,25	20	70
1,04	1	1	160:1	100	0,25	20	69
1,04	1	1,5	240:1	100	0,25	20	73
1,04	1	1	220:1	100	1,5	20	71

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania azydku 2-dimetylaminoetylu polegający na rozpuszczeniu chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy w wodzie i po rozpuszczeniu substratu wprowadza się azydek sodu w ilości od 1,01:1 do 1,5:1 (mol/mol) w stosunku do ilości chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy, mieszaninę reakcyjną podgrzewa się do temperatury 80–100°C i miesza pod chłodnicą zwrotną przez 10 minut – 2 godzin, a następnie produkt reakcji chłodzi się do temperatury pokojowej i powoli wkrapla wodny roztwór wodorotlenku nieorganicznego o stężeniu 25–40%, zawierającego od 0,9 ekwiwalentu wodorotlenku/1 ekwiwalent chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy do 1,55 ekwiwalentu wodorotlenku/1 ekwiwalent chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy, a po zakończeniu dozowania wodorotlenku układ miesza się jeszcze przez 15 do 90 minut, powstałe dwie fazy rozdziela się w rozdzielaczu, a otrzymaną oleistą ciecz destyluje, **znamienny tym**, że, do chlorowodoru 2-chloro-N,N-dimetyloetyloaminy dodaje się wodę w ilości od 140 ml H₂O/1 mol chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy do 280 ml H₂O/1 mol chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wodą jest woda destylowana, woda technologiczna lub woda procesowa.
3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że ilość wody wynosi 180 ml wody/1 mol chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy.
4. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że stosunek azydku sodu do chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy 1,04:1 (mol/mol).
5. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że temperatura prowadzenia reakcji wynosi 90°C.
6. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że czas mieszania po osiągnięciu temperatury prowadzenia reakcji wynosi 15 minut.

7. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że nieorganiczną zasadą jest wodorotlenek sodu, wodorotlenek potasu, wodorotlenek wapnia, wodorotlenek magnezu.
8. Sposób według zastrz. 7, **znamienny tym**, że nieorganiczną zasadą jest wodorotlenek sodu.
9. Sposób według zastrz. 8, **znamienny tym**, że stosuje się wodny roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 33%.
10. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że ilość wodorotlenku nieorganicznego wynosi 1 ekwiwalent /1 ekwiwalent chlorowodoru 2-N,N-dimetyloetyloaminy.
11. Sposób według dowolnego z poprzednich zastrzeżeń, **znamienny tym**, że czas mieszania po wkropleniu roztworu wodorotlenku nieorganicznego wynosi 20 minut.