



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

227 646

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 12 01 83
(21) PV 221-83

(51) Int. Cl.³
C 07 C 93/193

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 09 85

(75)
Autor vynálezu

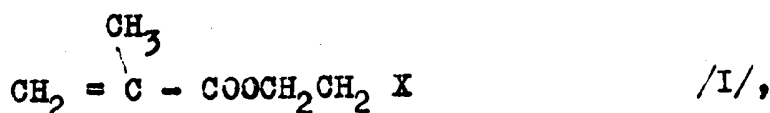
BOROVÍČKA MILOŠ RNDr. CSc.,
VACÍK JIŘÍ ing. CSc.,
PRCHAL EMANUEL,
OBEREIGNER BLAHOŠLAV ing.CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy N-substituovaných amino-
ethylesterů kyseliny methakrylové

227 646

Vynález se týká způsobu přípravy N-substituovaných aminoethylesterů kyseliny methakrylové obecného vzorce I



ve kterém X značí dimethylamino-, diethylamino nebo piperidinokupinu.

Homopolymerizací nebo kopolymerizací uvedených látek, buď ve formě kvartérních solí, nebo dodatečnou kvarternizací připravených polymerů, se získávají kationaktivní polymery s širokým použitím, zejména k přípravě flokulačních činidel, antistatických prostředků, elektrovedivých vrstev a filmotvorných látek k potahování tablet ve farmaceutickém průmyslu.

Nejčastěji používaným způsobem přípravy látek obecného vzorce I je reesterifikace esterů, nejčastěji methylesteru kyseliny methakrylové, příslušnými aminoalkoholy obecného vzorce II



ve kterém X značí totéž co ve vzorci I, katalyzovaná báziickými činidly, ponejvíce alkalickými kovy nebo jejich alkoholáty. Nevýhodou použití alkoholátů alkalických kovů je poměrně snadno probíhající adice alkoxidových aniontů na dvojnou vazbu, jež vede ke vzniku nežádoucích vedlejších produktů. Použití alkalických kovů, například sodíku, není vhodné, obzvláště v provozním měřítku, z hlediska bezpečnosti práce a je lépe nahradit je méně rizikovým postupem.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob přípravy N-substituovaných aminoethylesterů kyseliny methakrylové obecného vzorce I reesterifikací alkylesterů, zejména methylesteru kyseliny methakrylové, aminoalkoholy obecného vzorce II, podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se reesterifikace provádí za přítomnosti dihydrido-bis-methoxyethoxyaluminátu sodného jako katalyzátoru, účelně ve formě roztoku v netečném organickém rozpouštědle, například benzenu nebo toluenu.

Dihydrido-bis-methoxyethoxyaluminát, dostupný jako komerční výrobek ve formě benzenového nebo toluenového roztoku /J.Mareš, Chemický průmysl 22, 411, 1972/, je výhodný reesterifikační katalyzátor, se kterým je manipulace bezpečná i v provozním měřítku a který se snadno a přesně dávkuje. Provedení reakce je v podstatě stejné jako při reesterifikacích katalyzovaných alkalickými kovy nebo jejich alkoholáty. Katalyzátor podle vynálezu se účelně používá v množství 0,01 až 0,03 mol, vztaženo na 1 mol výchozího aminoalkoholu obecného vzorce II.

Bližší podrobnosti vyplývají z následujících příkladů provedení, které způsob podle vynálezu pouze ilustrují, ale nijak neomezují.

Příklad 1

2-/Dimethylamino/ethylmethakrylát /vzorec I, X = - N/CH₃/₂/

Ke 445 g /5 mol/ 2-/dimethylamino/ethanolu, umístěným v nádobě s kapalinovým uzávěrem, se přikape za míchání během 15 min 30 ml 70% roztoku dihydro-bis-methoxyethoxyaluminátu sodného v toluenu. Teplota reakční směsi stoupne reakčním teplem asi o 10 °C, vodík uvolňující se při reakci se odvádí do odtahu. Po 15 min míchání se přidá 6 g fenothiazinu a 1000 g /10 mol/ methylmethakrylátu. Reakční směs se vyhřeje za míchání k varu a během 6 h se oddestiluje nejdříve azetropická směs methanolu s methylmethakrylátem /t.v. 63 až 65 °C/ a nakonec část přebytečného methylmethakrylátu, celkem asi 400 až 500 ml. Reakční směs se ochladí, vyloučená sra-

ženina se odsaje na skleněném filtru a nízkovroucí podíly se oddestilují ve vakuu. Popřípadě dodatečně vyloučená jemná sraženina se odsaje s přísávkem křemeliny. Destilací ve vakuu se získá 60 až 65 % teorie čistého kapalného produktu s t.v. 67 až 70 °C/1,3 kPa, v čistotě 95 až 96 % /stanoveno plynovou chromatografií/.

Příklad 2

2-/Diethylamino/ethylmethakrylát /vzorec I, X = - N/C₂H₅/₂/

Postupuje se stejně jako v příkladu 1, se stejným molárním poměrem reakčních složek. Výtěžek je 58 až 65 % /stanoveno plynovou chromatografií/.

Příklad 3

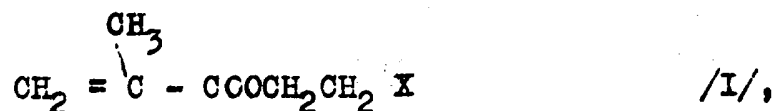
2-/Piperidino/ethylmethakrylát /vzorec I, X = - NC₅H₁₀/

Ke směsi 150 g /1,5 mol/ methylmethakrylátu, 64,5 g /0,5 mol/ 2-piperidinoethanolu a 0,5 g fenothiazinu se přikapou 4 ml 70% roztoku dihydrido-bis-methoxyethoxyaluminátu sodného v toluenu. Další postup jako v příkladu 1. Výtěžek 60 až 68 % teorie, t.v. 114 až 118 °C/133,3 kPa, obsah 96 až 98 % /stanoveno plynovou chromatografií/.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

227 646

1. Způsob přípravy N-substituovaných aminoethylesterů kyseliny methakrylové obecného vzorce I



ve kterém X značí dimethylamino-, diethylamino- nebo piperidinoskupinu, reesterifikací alkylesterů, zejména methylesteru kyseliny methakrylové, aminoalkoholy obecného vzorce II



ve kterém X značí totéž co ve vzorci I, vyznačující se tím, že se reesterifikace provádí za přítomnosti dihydrido-bis-methoxyethoxyaluminátu sodného jako katalyzátoru.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se používá dihydrido-bis-methoxyethoxyaluminátu sodného ve formě roztoku v netečném organickém rozpouštědle, například benzenu nebo toluenu.