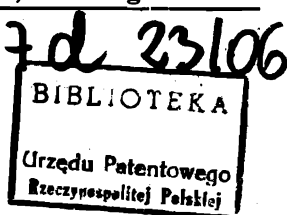


Warszawa, 19 lutego 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25880.

Kl. 12 p, 15.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania alkylenoimin.

Zgłoszono 27 kwietnia 1936 r.

Udzielono 10 grudnia 1937 r.

Pierwszeństwo: 11 maja 1935 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że alkylenoiminy można otrzymywać przez działanie w podwyższonej temperaturze na estry alkylolo-aminowe kwasu siarkowego nieorganicznymi substancjami zasadowymi, najlepiej wodorotlenkami potasowcowymi lub wapniowcowymi w postaci roztworu lub zawiesiny. Odpowiednimi materiałami wyjściowymi są np.: ester etanolo-aminowy kwasu siarkowego, estry *N* - jednoalkylo-etanolo-aminowe kwasu siarkowego i estry *C* - alkylolo-etanolo-aminowe kwasu siarkowego. Materiałami wyjściowymi mogą być również związki, posiadające rodnik cykloalkylowy, aralkylowy, aryłowy lub heterocykliczny zamiast rodników alkylowych. Z materiałów wyjściowych, które są związkami

podstawionymi przy atomie azotu otrzymuje się *N* - podstawione alkyleno-iminy. Z estrów kwasu siarkowego, otrzymywanych z podstawionych etanoloamin, zawierających więcej niż 2 atomy węgla w cząsteczce, otrzymuje się nowe najbardziej wartościowe alkyleno-iminy, zawierające w cząsteczce więcej niż 2 atomy węgla.

Reakcję przeprowadza się w temperaturze zwiększającej się powoli, np. w temperaturze około 50°C. Często korzystne jest przeprowadzenie procesu w temperaturze około 100°C. Temperatury wyższe od mniej więcej 200°C mogą być jednak również stosowane.

Produkty otrzymywane według wynalazku niniejszego wyróżniają się znaczną

aktywnością i wskutek tego mogą być stosowane do wielu rozmaitych reakcji chemicznych.

Podane poniżej przykłady wyjaśniają przedmiot wynalazku.

Przykład I. 2 190 g estru etanolo-aminowego kwasu siarkowego miesza się w zwykłej temperaturze ewentualnie chłodząc z 4 400 g 34%-owego roztworu wodorotlenku sodowego i roztwór dopełnia się wodą do objętości 7 500 cm³. Mieszaninę reakcyjną ogrzewa się i zbiera oddestylowującą wodę i etylenoiminę. Oddestylowaną wodę uzupełnia się okresowo lub w sposób ciągły odpowiednią ilością świeżej wody. Skoro oddestylowująca frakcja nie wykazuje już reakcji zasadowej, wówczas destylację przerywa się. Destylat jest roztworem wodnym etyleno-iminy, którą można wydzielić przez dodanie wodorotlenku sodu. Etyleno-iminę można jednak otrzymać również przez wyciąganie wymienionego roztworu wodnego rozpuszczalnikami nie mieszającymi się z wodą, np. eterem, toluenem lub ksylenem. Produkt ten otrzymuje się w czystej postaci przez destylację w obecności wodorotlenku sodowego.

Przykład II. 3 000 g 34%-owego roztworu wodorotlenku sodowego dodaje się do 1 550 g estru *N* - metylo-etanolo-aminowego kwasu siarkowego. Mieszaninę dopełnia się wodą do 5 litrów i traktuje w sposób opisany w przykładzie I. Otrzymuje się w ten sposób *N* - metylo-etyleno-iminę.

Jeśli zamiast odpowiedniego związku metylowego zastosuje się ester *N* - butylo-etanolo-aminowy kwasu siarkowego, otrzymuje się *N* - butylo-etyleno-iminę.

Przykład III. 3 000 g 34%-owego roztworu wodorotlenku sodowego dodaje się do 1 550 g estru 1,2 - propanolo-aminowego kwasu siarkowego. Mieszaninę reakcyjną dopełnia się wodą do objętości 5 litrów i traktuje w sposób opisany w przykładzie I. Otrzymany destylat jest wodnym roztworem 1,2 - propyleno-iminy, z którego iminę

wyodrębnia się w sposób opisany w przykładzie I.

Przykład IV. 212 części wagowych estru etanolo-aminowego kwasu siarkowego miesza się z 105 częściami wagowymi tlenku wapnia, po czym mieszaninę dopełnia się wodą do 2 000 części wagowych. Przez destylację mieszaniny, otrzymanej w ten sposób, uzyskuje się etyleno-iminę z dobrą wydajnością.

Przykład V. 200 części wagowych estru butylo-etanolo-aminowego kwasu siarkowego miesza się z 350 częściami wagowymi roztworu wodorotlenku potasowego o mocy 45° Bé i dopełnia wodą do 750 części wagowych. Przez destylację tej mieszaniny otrzymuje się butylo-etyleno-iminę z wydajnością wynoszącą 70% — 80% ilości teoretycznej. Zamiast wodorotlenku potasowego można stosować wodorotlenek barowy.

Przykład VI. 212 części wagowych estru etanolo-aminowego kwasu siarkowego i 350 części wagowych roztworu wodorotlenku potasowego o mocy 45° Bé dopełnia się wodą do 750 części wagowych. Mieszaninę poddaje się destylacji otrzymując w ten sposób etyleno-iminę z wydajnością, wynoszącą 70% — 80% ilości teoretycznej.

Przykład VII. 450 części wagowych roztworu wodorotlenku sodowego o mocy 40° Bé dodaje się do 234 części wagowych estru propanolo-aminowego kwasu siarkowego i mieszaninę dopełnia wodą do 750 części wagowych. Przez destylację otrzymuje się z dobrą wydajnością 1,2 - propyleno-iminę.

Jeżeli zamiast wzmiankowanego estru zastosuje się 325 części wagowych estru cykloheksylo - etanolo - aminowego kwasu siarkowego, wówczas otrzymuje się z dobrą wydajnością *N* - cykloheksylo-etyleno-iminę.

Przykład VIII. 210 części wagowych estru 2 - amino - 1 - butanolowego kwasu siarkowego poddaje się destylacji wraz z

440 częściami wagowymi roztworu wodorotlenku sodowego o mocy 40° Bé w naczyniu, zaopatrzonym w chłodnicę pochyłą; wodę, która oddestylowuje, uzupełnia się przez ciągłe dodawanie jej do naczynia np. kroplomierzem tak, aby cała ilość dodanej świeżej wody wynosiła 750 części wagowych. W ten sposób otrzymuje się etylo-

etyleno-iminę ($\text{C}_2\text{H}_5 - \text{CH} - \text{CH}_2$), prak-

$$\begin{array}{c} \text{NH} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$$

tycznie biorąc, z wydajnością odpowiadającą teoretycznej.

Przykład IX. 326 części wagowych estru etanolo-anilinowego kwasu siarkowego miesza się z 450 częściami wagowymi roztworu wodorotlenku sodowego o mocy 40° Bé. Mieszaninę destyluje się, a ciecz w naczyniu reakcyjnym uzupełnia się przez ciągłe dodawanie świeżej wody w takiej ilości, jaka oddestylowuje. Przez aparat reakcyjny przepuszcza się azot, a do naczynia destylacyjnego lub też do chłodnicy wprowadza się lotny rozpuszczalnik, nie mieszający się z wodą, np. benzen, toluen, czterohydronaftalen, eter i podobne. Wspomniany rozpuszczalnik można jednocześnie stosować do przemywania już zebranego destylatu. W ten sposób otrzymu-

je się *N* - fenylo-etyleno-iminę w rozpuszczalniku organicznym z wydajnością (praktycznie biorąc) odpowiadającą ilości teoretycznej. Przez oddestylowanie wspomnianego rozpuszczalnika można otrzymać *N* - fenylo-etylenoiminę w czystej postaci.

Przykład X. 225 części wagowych estru heksanolo-aminowego kwasu siarkowego miesza się z 400 częściami wagowymi 34%-owego roztworu wodorotlenku sodowego. Mieszaninę destyluje się, a wodę oddestylowującą uzupełnia się świeżą wodą. W ten sposób otrzymuje się z dobrą wydajnością heksyleno-iminę.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania alkylenoimin, znamienny tym, że ester alkylolo-aminowy kwasu siarkowego poddaje się w podwyższonej temperaturze działaniu reagujących zasadowo substancji nieorganicznych w postaci roztworu lub zawiesiny.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.