

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Dr. W/Ke. 1352

Krefeld-Uerdingen, den 10. August 1943

7.75 685 \bar{u} c / 12 gr
Einget. 11.8.43

BAG Target

3414 30/4.17

Verfahren zur Herstellung von Alkanolaminen.

Gegenstand dieser Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Alkanolaminen.

Es wurde gefunden, dass man in technisch einfacher Weise zu Alkanolaminen gelangt, wenn man primäre oder sekundäre Amine mit Glykolcarbonaten umsetzt. Die Umsetzung vollzieht sich unter Abspaltung von Kohlendioxyd. Bei der Herstellung eines Monoalkanolamins aus einem Glykolcarbonat und einem primären Amin empfiehlt es sich, einen Überschuss an Amin über die zum eingesetzten Glykolcarbonat äquimolekulare Menge anzuwenden, da bei der Umsetzung äquimolekularer Mengen Amin und Glykolcarbonat ein grosser Teil desamins in das Dialkanolamin übergeführt wird. Strebt man hingegen die Gewinnung von Dialkanolamin aus einem primären Amin an, so sind zweckmässig 2 Mol Carbonat auf 1 Mol Amin anzuwenden. Bei der Umsetzung eines sekundärenamins zu dem entsprechenden Monoalkanolamin werden die Komponenten vorzugsweise in äquimolekularen Mengen eingesetzt.

Unter den zur Herstellung von Alkanolaminen nach dem vorliegenden Verfahren geeigneten Aminen seien z.B. Di-n-Propylamin, Di-n-Butylamin, Dodécylamin, Cyclohexylamin, Anilin, Monomethylanilin, p-Toluidin, Diphenylamin, Naphthylamin, Piperidin und Pyrrolidin genannt.

Die vorgenannten Amine können z.B. mit den Carbonaten von Äthylenglykol, 1,2-Propylenglykol, 1,2-Butylenglykol, Pinakon und 1,2-Cyclohexandiol umgesetzt werden.

Beispiel 1. Eine Mischung von 258 Gewichtsteilen Di-n-butylamin und 176 Gewichtsteilen Äthylenglykolcarbonat wird am Rückflusskühler erhitzt, bis die Kohlensäureabspaltung beendet ist. Die Destillation des Reaktionsgemisches liefert neben unverändertem Ausgangsmaterial 183 Gewichtsteile Dibutyläthanolamin (K_p 138-140°/1 mm) = 61% d.Th.

Beispiel 2. Eine Mischung von 282 Gewichtsteilen Anilin und 176 Gewichtsteilen Äthylenglykolcarbonat wird 4 Stunden am Steigrohr erhitzt, die Kohlensäureabspaltung ist dann beendet. Die Destillation

des Reaktionsgemisches unter vermindertem Druck liefert neben unverändertem Anilin 210 Gewichtsteile N-Phenyläthanolamin (Kp 135-137°/2 mm) = 77% d.Th. und 35 Gewichtsteile N-Phenyl-diäthanolamin (Kp 187-189°/2 mm) = 19% d.Th.

Beispiel 3. Eine Mischung von 428 Gewichtsteilen Monomethylanilin und 352 Gewichtsteilen Äthylenglykolcarbonat wird am Steigrohr zum Sieden erhitzt. Die Umsetzung vollzieht sich unter Abspaltung von Kohlendioxyd und ist in 4 Stunden beendet. Sobald eine Gewichtsabnahme von 176 Gewichtsteilen eingetreten ist, destilliert man unter vermindertem Druck. Die Hauptmenge des Reaktionsproduktes, die aus N-Methyl-N-phenyläthanolamin besteht, geht von 113-116° bei 0,5 mm über. Die Ausbeute beträgt 505 Gewichtsteile = 84% d.Th.

Beispiel 4. Eine Mischung von 214 Gewichtsteilen p-Toluidin und 88 Gewichtsteilen Äthylenglykolcarbonat wird 4 Stunden am Rückflusskühler erhitzt. Die Destillation des Reaktionsproduktes liefert neben unverändertem p-Toluidin 115 Gewichtsteile N-p-Tolyl-äthanolamin (Kp 215-218°/2 mm) = 76% d.Th.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von Alkanolaminen, dadurch gekennzeichnet, dass man primäre oder sekundäre Amine mit Glykolcarbonaten umsetzt.