



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

215163

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Přihlášeno 20 06 79
(21) PV 4233-79

(51) Int. Cl. ³C 07 C 85/08

(40) Zveřejněno 27 02 81
(45) Vydáno 15 10 82

(75)

Autor vynálezu

DEVÍNSKY FERDINAND ing.,

LACKO IVAN ing. a

KRASNEC LUDOVÍT prof. RNDr., BRATISLAVA

(54)

Spůsob přípravy α, ω -N,N'-dimethylalkándiamínů

Vynález spadá do odboru organickej syntézy. Rieši spôsob prípravy α, ω -N,N'-dimetylalkándiamínů obecného vzorca I



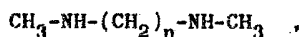
kde n je 7 až 12. Pri príprave sa postupuje tým spôsobom, že α, ω -alkándiamín obecného vzorca II



kde n je 7 až 12, reaguje s benzaldehydom a ďalej sa alkyluje dimetylsulfátom. Vzniknutá amóniová soľ sa hydrolyzuje vodou za prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej.

Zlúčeniny tohoto typu sa môžu využiť ako monoméry pri polymerizáciách a ako východiskové suroviny pri príprave derivátů s biologickými vlastnosťami.

Vynález sa týka spôsobu prípravy α,ω -N,N'-dimetylkándiamínu obecného vzorca



kde n značí 7 až 12. Zlúčeniny tohoto typu majú široké využitie v priemysle, predovšetkým ako monoméry pri polymerizáciách, ale aj ako východiskové suroviny pri príprave ďalších derivátov, ktoré majú medzi iným aj biologické vlastnosti /antimikrobiálne, kancerostatické, kurareformné a pod./.

V súčasnosti je známych niekoľko metód prípravy takýchto zlúčenín. Tak napr. je možné ich pripraviť hydrolýzou N,N'-di-p-toluénsulfonyl-N,N'-dimetyl-1,5-alkándiamínu, prípadne pôsobením kvapalného metylamínu na 1,5-dibrómalkán. Doteraz známe metódy majú však tú nevýhodu, že buď dávajú nízke výťažky, alebo sa jedná o viacstupňové syntézy spojené s niekoľkonásobnou izoláciou medziproduktov.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob prípravy α,ω -N,N'-dimetylkándiamínov horeuvedeného obecného vzorca podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa nechá zreagovať α,ω -alkándiamín s benzaldehydom a následnou alkyláciou vzniknutá amóniová soľ sa hydrolyzuje vodou za prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej. Produkty vznikajú vo výťažku 85 až 90 %.

Na ilustráciu spôsobu prípravy sú uvedené nasledovné príklady.

Príklad 1

0,5 mol 1,8-oktándiamínu sa rozpustí v 200 ml benzénu a pomaly sa prileje 1,2 mol benzaldehydu. Potom sa zmes zahreje k varu a nechá sa reagovať 30 min. Prchavé zložky sa oddestilujú za vákua a k ochladenej zmesi sa pridá 1,2 mol dimetylsulfátu rozpusteného v 200 ml benzénu. Po odznení exotermickej reakcie sa zmes zahrieva za miešania a varu 1 hodinu. Po tomto čase sa za vákua oddestiluje benzén a nezreagovaný dimetylsulfát a k reakčnému zvyšku sa pridá 400 ml vody a 1 mol koncentrovanej kyseliny sírovej /98 %/. Po povarení 1 hodinu sa reakčná zmes podrobí destilácii s vodnou parou. K zvyšku po tejto destilácii sa za chladenia pridáva až do nasýtenia pevný hydroxid sodný. Po oddelení amínovej vrstvy sa vodná vrstva extrahuje éterom alebo chloroformom, spojené extrakty a amín sa vysušia a po oddestilovaní rozpúšťadla sa produkt predestiluje. N,N'-dimetyl-1,8-oktándiamín vzniká vo výťažku 85 % teórie /počítané na východiskový amín/; t.v. 122 °C/1,6 kPa; t.t. 26 až 29 °C; R_F (silikagél, acetón/1 N HCl (1:1), detekcia Dragendorfovým činidlom Munièrova modifikácia) = 0,66; IČ-spektrálne charakteristiky: $\nu(\text{N-H})$ 3280 cm^{-1} , $\delta(\text{N-H})$ 746 cm^{-1} , $\nu(\text{N-CH}_3)$ 2693 cm^{-1} .

Príklad 2

Pracovný postup je taký istý ako v príklade 1, do reakcie sa však použil 1,10-dekándiamín, ktorý poskytoval N,N'-dimetyl-1,10-dekándiamín vo výťažku 90 %; t.v. 151 °C/1,6 kPa; t.t. 35 až 37 °C; R_F = 0,63; IČ-spektrálne charakteristiky: $\nu(\text{N-H})$ 3280 cm^{-1} , $\delta(\text{N-H})$ 749 cm^{-1} , $\nu(\text{N-CH}_3)$ 2693 cm^{-1} .

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob prípravy α,ω -N,N'-dimetylalkándiamínov obecného vzorca I

kde n značí 7 až 12, vyznačujúci sa tým, že sa nechá zreagovať α,ω -alkándiamín obecného vzorca II



kde n značí to isté ako vyššie, s benzaldehydom a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vzniknutá amóniová soľ sa hydrolyzuje vodou za prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej.