

Warszawa, 16 września 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 07c 87/46²

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 23413.

Kl. 12 q, 32/10.

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

Sposób wytwarzania czwartorzędowych związków amonowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 22362.

Zgłoszono 21 maja 1935 r.

Udzielono 22 czerwca 1936 r.

Pierwszeństwo: 24 maja 1934 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 9 listopada 1950 r.

W patentach NrNr 22362 i 22419 opisano sposoby wytwarzania technicznie cennych czwartorzędowych związków amonowych.

Opracowując dalej tę dziedzinę, wykryto obecnie, że związki wielo-amonowe, zawierające co najmniej jedną alifatyczną resztę węglowodorową o większym ciężarze cząsteczkowym, częstokroć wyróżniają się szczególnie cennymi właściwościami, zwłaszcza pod względem działania antyseptycznego. Można je stosować, jako środki dezynfekcyjne albo konserwujące.

Nowe te związki wieloamonowe o co

najmniej jednej alifatycznej reszcie węglowodorowej o większym ciężarze cząsteczkowym wytwarza się zapomocą zwykłych sposobów postępowania. Tak więc np. można wprowadzać w reakcję z aminami trzeciorzędowymi związki alifatyczne, zawierające co najmniej dwa podstawniki zdolne do reakcji. Przytem co najmniej jeden ze składników reakcji musi zawierać alifatyczną resztę węglowodorową o większym ciężarze cząsteczkowym. Wzmiankowane uprzednio związki alifatyczne o dwóch co najmniej zdolnych do reakcji podstawnikach można otrzymywać

przez estrowanie alkoholi wielowartościowych z kwasami chlorowco-wodorowemi lub aromatycznymi kwasami sulfonowymi. Z drugiej strony można również wprowadzać w reakcję wieloaminy trzeciorzędowe, w których jeden lub kilka atomów azotu może być związanych pierścieniowo, jak np. w piperazynach trzeciorzędowych, ze zdolnymi do reakcji estrami alkoholi, np. haloidkami alkylowemi, lub estrami alkylowemi wielowartościowych kwasów sulfonowych. Przytem znowu co najmniej jeden ze składników reakcji musi zawierać alifatyczną resztę węglowodorową wyższego rzędu. Przemiana wieloamin trzeciorzędowych w czwartorzędowe związki wieloamonowe może się odbywać również stopniowo.

Nowe te związki wieloamonowe z alifatyczną resztą węglowodorową wyższego rzędu można otrzymywać również i w ten sposób, że na aminę trzeciorzędową działa się czwartorzędowym związkiem amonowym, w którym znajduje się reszta węglowodorowa, zaopatrzona w podstawnik, zdolny do reakcji. Również i w tym przypadku jeden ze składników reakcji musi zawierać alifatyczną resztę węglowodorową wyższego rzędu. Można np. alkylahaloidkiem trójalkylo-amonowym działać na aminę trzeciorzędową, zawierającą wyższego rzędu alifatyczną resztę węglowodorową. Naodwrot alifatyczna reszta węglowodorowa wyższego rzędu może się również znajdować w czwartorzędowym alkylahaloidku trójalkylo-amonowym, albo też może być zawarta w obu składnikach reakcji.

Związki wieloamonowe, dające się w ten sposób otrzymywać, mogą zawierać związane ze sobą podstawniki, jak grupy wodorotlenowe, sulfohydrylowe, następnie np. atomy chlorowca. Reszty alifatyczne, zwłaszcza zaś reszty wyższego rzędu, mogą również zawierać eterowo związane atomy tlenu lub siarki.

Przykład I. 116 części wagowych cztero-metylo-etyleno-dwuaminy ogrzewa się w ciągu kilku godzin mniej więcej do 100°C z 498 częściami wagowymi bromku dodecyłowego. Po ostygnięciu wytworzony syrop ciągliwy, który po dłuższem staniu krzepnie na masę krystaliczną, rozpuszcza się w 9-krotnej (w stosunku do jego wagi) ilości wody destylowanej i otrzymuje w ten sposób 10%-owy wodny roztwór bromku czterometylo - dwudodecylo - etyleno - dwuamonowego.

Ten sam związek można również otrzymać przez działanie bromku metylowego na symetryczną dwumetylo-dwudodecylo-etyleno-dwuaminę w ilościach cząsteczkowych (2 mole bromku metylowego + 1 mol dwumetylo - dwudodecylo - etyleno - dwuaminy) w naczyniu zamkniętem w temperaturze około 100°C .

Przykład II. 116 części wagowych cztero-metylo-etyleno-dwuaminy rozciera się z 469 częściami wagowymi chlorku dodecylooksy-metyłowego. Po skończonej reakcji, gdy temperatura przestanie się zmieniać, przekrystalizowuje się otrzymany chlorek cztero-metylo-dwudodecylo-oksy-metylo-etyleno-dwuamonowy w benzenie i w ten sposób otrzymuje się go w postaci krystalicznego proszku o nieostrym punkcie topnienia; proszek ten rozpuszcza się w wodzie, tworząc roztwory silnie pieniające się.

Przykład III. Do 118 części wagowych czterometyloetyleno-dwuaminy dodaje się 500 części wagowych chlorku dodecylo-tio-metyłowego i ogrzewa w ciągu kilku godzin na kąpieli wodnej. Po ostygnięciu produkt reakcji rozciera się i przemywa zimnym benzenem. Tak otrzymany chlorek cztero-metylo-dwudodecylo-tio-metylo-etyleno-dwuamonowy jest żółtawo-białym proszkiem, który z wodą daje roztwory silnie pieniające się.

Przykład IV. 284 części wagowych cztero-butylo-etyleno-dwuaminy rozciera

się z 469 częściami wagowymi chlorku dodecylo-oksy-metylowego i postępuje następnie, jak w przykładzie II. Tak otrzymany chlorek cztero-butylodwudodecylo-oksy-metylo-etyleno-dwuamonowy stanowi syrop ciągliwy, który się rozpuszcza w wodzie.

Przykład V. 146 części wagowych Cztero-metylo- β -oksy-propyleno-dwuaminy zadaje się 498 częściami wagowymi bromku dodecyloowego i ogrzewa w ciągu 12 godzin na kąpieli wodnej. W ten sposób otrzymuje się bromek cztero-metylo-dwudodecylo- β -oksy-propyleno-dwuamonowy w postaci bezbarwnego syropu ciągliwego, który klarownie rozpuszcza się w wodzie i którego stężony roztwór stanowi ciecz o dużej lepkości.

Ten sam związek otrzymuje się również przez ogrzewanie 426 części wagowych dwumetylo-dodecylo-aminy z 218 częściami wagowymi gliceryno-dwubromohydryny w temperaturze 80 — 90°C.

Przykład VI. 590 części wagowych dwumetylo-olejlo-aminy ogrzewa się z 281 częściami wagowymi trójbromohydryny w naczyniu zamkniętym w ciągu 12 godzin do 90 — 100°C. Tak wytworzony syrop ciągliwy po ostygnięciu rozpuszcza się w wodzie, otrzymując gęsty roztwór bromku czterometylo-dwuolejlo- β -bromopropylenodwuamonowego.

Przykład VII. 146 części wagowych cztero-metylo- β -oksy-propyleno-dwuaminy ogrzewa się z 557 częściami wagowymi chlorku β -oksy- γ -dodecylo-oksy-propylowego w ciągu 12 godzin do 100°C. Wytworzony syrop ciągliwy rozpuszcza się w 19-krotnej, w stosunku do jego wagi, ilości wody destylowanej i otrzymuje w ten sposób 5%-owy roztwór chlorku czterometylo-dwu-(dodecylo-oksy- β -oksy-propylo)- β -oksy-propyleno-dwuamonowego.

Przykład VIII. 454 części wagowych symetrycznej dwumetylo-dwudodecylo- β -oksypropyleno-dwuaminy ogrzewa się z

253 częściami wagowymi chlorku benzylowego w ciągu 10 godzin do 100°C. Wytworzony chlorek dwumetylo-dwubenzylodwudodecylo- β -oksy-propyleno-dwuamonowy tworzy żółtawo-brunatny syrop ciągliwy, którego wodny roztwór mocno się pieni.

Przykład IX. 229 części wagowych metylo - bis - dwuetylo - amino - etylo - aminy miesza się z 619 częściami wagowymi chlorku decylo-oksy-metylowego. Po ostygnięciu wytworzony chlorek bis-(dwuetylo - decylo - oksy - metylo - chloro - amono - etylo) - metylo - decyloksy - metylo-amonowy stanowi żółtawą masę ciągliwą, łatwo rozpuszczalną w wodzie.

Przykład X. 424 części wagowe symetrycznej dwumetylo-dwudodecylo-etyleno-dwuaminy ogrzewa się z 341 częściami wagowymi chlorku benzylotio-metylowego w ciągu 3 godzin do 80°C. Po ostygnięciu żywicowaty produkt reakcji rozpuszcza się w 9-krotnej (w stosunku do jego wagi) ilości wody destylowanej i otrzymuje w ten sposób przezroczysty roztwór chlorku dwumetylo - dwudodecylo - dwubenzylotio-metylo-etyleno-dwuamonowego.

Przykład XI. 135 części wagowych chlorku dwuetylo-amino-etylowego ogrzewa się ze 171 częściami wagowymi bromku benzylowego w ciągu 4 godzin do 70 — 80°C. Następnie dodaje się 213 części wagowych dwumetylo-dodecyloaminy i ogrzewa ponownie w ciągu 6 godzin w temperaturze 90 — 100°C. Po ostygnięciu rozpuszcza się produkt reakcji w czterokrotnej (w stosunku do jego wagi) ilości wody destylowanej i otrzymuje w ten sposób 20%-owy roztwór α -(dwumetylo-dodecylo-chloro-amono)- β -(dwuetylo-benzylbromo-amono)-etanu.

Przykład XII. 594 części wagowe dwumetylo-okta-decylo-aminy rozpuszcza się w 1000 części wagowych suchego benzenu i zadaje zimnym, jak lód, roztworem 127 części wagowych symetrycznego dwu-

chloro-acetonu w 1000 części wagowych suchego benzenu. Po skończonej reakcji oddestylowuje się benzen pod ciśnieniem zmniejszonym i otrzymany chlorek czterometylo-dwuoktadecylo- β -okso-propyleno-dwuamonowy rozpuszcza się w 9-krotnej (w stosunku do jego wagi) ilości wody destylowanej.

Przykład XIII. 114 części wagowych *N,N*-dwumetylo-piperazyny rozciera się z 558 częściami wagowymi bromku dodecylo-oksy-metylowego. Po skończonej reakcji, gdy temperatura przestanie się zmieniać, mieszaninę reakcyjną rozpuszcza się w wodzie destylowanej i otrzymuje się w ten sposób przezroczysty roztwór dwubromku dwumetylo - dwudodecylo-oksy-metylo-piperazynowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania czwartorzędowych związków amonowych według patentu Nr 22362, znamienny tem, że związki alifatyczne, zawierające co najmniej dwa podstawniki, zdolne do reakcji, wprowadza się w znany sposób w reakcję z amina-

mi trzeciorzędowymi, przyczem co najmniej jeden ze składników reakcji zawiera alifatyczną resztę węglowodorową o większym ciężarze cząsteczkowym.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że wieloaminy trzeciorzędowe, w których jeden lub kilka atomów azotu może być związanych pierścieniowo, wprowadza się w reakcję ze zdolnymi do reakcji estrami alkoholi, przyczem co najmniej jeden ze składników reakcji zawiera alifatyczną resztę węglowodorową wyższego rzędu.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że na aminę trzeciorzędową działa się czwartorzędowym związkiem amonowym, w którym znajduje się reszta alkylo-wa, zaopatrzona w podstawnik, zdolny do reakcji, przyczem co najmniej jeden ze składników reakcji zawiera alifatyczną resztę węglowodorową o większym ciężarze cząsteczkowym.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.