



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

270 876

(21) PV 8354-88.N
(22) Prihlásené 16 12 88

(40) Zverejnené 13 12 89
(45) Vydané 04 07 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 07 C 17/16

(75) Autor vynálezu

BERKEŠ DUŠAN ing. CSc. TRNAVA,
KACINA ROMAN ing.,
GOMORY JURAJ ing.,
FRANKOVÁ MÁRIA ing.,
NIŽŇANSKÝ JOZEF ing. HLOHOVEC

(54)

Spôsob prípravy 1-brómdodekánu

(57) Spôsob prípravy 1-brómdodekánu reakciou 1-dodekanolu s kyselinou bromovodíkovou v prítomnosti NaBr alebo KBr a ajatínu ako medzifázového katalyzátora, s cieľom prípravy ajatínu z 1-brómdodekánu a benzyldimetylaminu. Pripravovaná zlúčenina je medziprodukt pri výrobe dezinfekčných roztokov.

Vynález sa týka spôsobu prípravy 1-brómdodekánu, medziproduktu pri syntéze benzyl-dodecyl-dimetylamióniu bromidu (ajatínu), ktorý je komponentom dezinfekčných roztokov. Pri syntéze sa vychádza z 1-dodekanolu a vodného roztoku HBr za podmienok medzifázovej katalýzy, pričom ako medzifázový katalyzátor sa využíva samotný ajatín.

Doteraz sa 1-brómdodekán pripravuje z 1-dodekanolu reakciou s brómom a fosforom (Houben-Weyl 5/4, 404 (1960), resp. s NaBr a H_2SO_4 (Rom. RO 76, 601). Ďalšie postupy využívajú medzifázovú katalýzu, kde sa ako katalyzátory používajú stearylpyridínium bromid (Japan Kokai 78 15, 303) tributylhexadecylfosfónium bromid (CH 589 015 resp. Synthesis 1974, 37). Nedostatkami pri použití brómu je vysoká agresivita reakčného prostredia a obtiažna manipulácia, v systéme NaBr + H_2SO_4 nízka konverzia a pri použití medzifázovej katalýzy potreba odstránenia medzifázových katalyzátorov z 1-brómdodekánu, keďže vo finálnom produkte - ajatíne predstavujú nečistoty.

Uvedené nedostatky odstraňuje spôsob prípravy 1-brómdodekánu podľa tohoto vynálezu.

Podstata vynálezu spočíva v reakcii 1-dodekanolu s kyselinou bromovodíkovou v prítomnosti NaBr alebo KBr, za použitia ajatínu ako medzifázového katalyzátora. Pripravený 1-brómdodekán s obsahom medzifázového katalyzátora sa použije v reakcii s benzyl-dimetylamiónom na prípravu samotného ajatínu, pričom sa vodná vrstva s obsahom nezreagovanej kyseliny bromovodíkovej použije do ďalšej reakcie prípravy 1-brómdodekánu. V ďalšom je postup podľa vynálezu ilustrovaný, nie však obmedzovaný príkladmi:

Príklad 1

Do banky opatrenej miešadlom, chladičom a teplomerom sa predloží 100 g (0,54 mol) 1-dodekanolu, 11 g (0,023 mol) ajatínu a 12,8 g (0,11 mol) KBr. Zmes sa vyhreje na 80 až 100 °C a pridá sa 272 g (1,61 mol) 48 % - nej kyseliny bromovodíkovej. Reakčná zmes sa mieša pri teplote 118 až 120 °C 3 hod., pričom sa odberá reakčná voda (40 až 50 ml). Potom sa zmes ochladí, oddelí sa organická vrstva od vodnej vrstvy s obsahom HBr a KBr. Produkt sa pretrepe s roztokom sódy a vody (10 g Na_2CO_3 + 100 ml H_2O). Výťažok reakcie je 128 g t.j. 96 % teórie s obsahom 1-brómdodekánu v rozmedzí 97 až 99,4 % (analýza plynovou chromatografiou).

Príklad 2

Do banky opatrenej miešadlom, chladičom a teplomerom sa predloží vodná vrstva s obsahom HBr + KBr z príkladu 1. Pridá sa 100 g (0,54 mol) 1-dodekanolu a 89 g (0,53 mol) 48 % HBr a reakčná zmes sa vyhreje na 120 °C. 3 hod. sa mieša pri teplote 118 až 120 °C, pričom sa oddestiluje voda (40 až 50 ml). Po ochladení sa produkt spracuje ako v príklade 1. Výťažok reakcie je 127 až 129 g t.j. 95 až 96 % teórie s obsahom 1-brómdodekánu 97 až 99 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 1-brómdodekánu ako medziproduktu pre výrobu benzyl-dodecyl-dimetylamióniu bromidu reakciou 1-dodekanolu s maximálne 50% kyselinou bromovodíkovou v prítomnosti bromidu sodného alebo draselného vyznačujúci sa tým, že ako medzifázový katalyzátor sa používa benzyl-dodecyl-dimetylamióniu bromid pričom nezreagovaná kyselina bromovodíková sa po doplnení použije do ďalšej reakcie s 1-dodekanolom.