



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

226942
(11) (11)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 87/20

[22] Prihlásené 21 07 82

[21] (PV 5561-82)

[40] Zverejnené 24 06 83

[45] Vydané 15 05 86

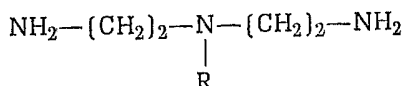
(75)
Autor vynálezu

BITTEREROVÁ FABIOLA pharm. dr., DEVÍNSKY FERDINAND ing. CSc.,
LACKO IVAN ing., BRATISLAVA

(54) Bis(2-aminoetyl)alkylamíny a spôsob ich prípravy

1

Vynález sa týka bis(2-aminoetyl)alkylamínov všeobecného vzorca



kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 9 až 11 a 13 až 16 a spôsobu ich prípravy.

Je známe, že bis(2-aminoetyl)amín (dietyléntriámín) sa v súčasnosti používa v mnohých priemyselných odvetviach. Najväčšie využitie našiel pri výrobe rôznych polymérov, pri príprave epoxidových živíc a lepidiel, našiel použitie aj v stavebnom priemysle, kde sa používa ako prísada do betónov a pod. Z jeho N'-alkylderivátov sú známe len oktyl a dodecyl deriváty, ktoré sa používajú ako medziprodukty pri príprave povrchovoaktívnych zlúčenín, prípadne ako chelatačné látky, alebo prísady do farbivých zmesí, ďalej ako baktericídne zlúčeniny a ako aditíva s antikoróznymi vlastnosťami do pohonných zmesí.

Dajú sa pripraviť rôznymi spôsobmi, najčastejšie alkyláciou príslušných bisbenzylidenderivátov bis(2-aminoetyl)amínu jódal-kánmi a následnou hydrolýzou N'-alkylderivátov vodou za prítomnosti kyseliny chlo-

2

rovodíkovej ako katalyzátora, prípadne reakciou bis(2-aminoetyl)amínu s 1-brómoktadekánom v prostredí etanolu za prítomnosti NaOH alebo reakciou dihydrofázcových nitrilov so sekundárnymi amínmi za prítomnosti vodíka pri 180 °C a tlaku 20 MPa.

Alkylderiváty bis(2-aminoetyl)amínu, ktoré sú predmetom vynálezu doteraz pripravené neboli a používajú sa ako medziprodukty v organickej syntéze biologicky účinných zlúčenín ako napr. bis(2-dimetylaminoetyl)alkylamínov $[(\text{CH}_3)_2\text{N}(\text{CH}_2)_2]_2\text{NR}$.

Spôsob prípravy podľa vynálezu spočíva na reakcii 1-brómalkánov s bisbenzylidén-(2-aminoetyl)amínom vo vriacom suchom benzéne alebo toluéne za vzniku N'-alkylbisbenzylidén(2-aminoetyl)amínov, ktoré sa potom hydrolyzujú pôsobením vody za prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej ako katalyzátora. Spôsob podľa vynálezu má tú výhodu, že na hydrolýzu sa ako katalyzátor používa konc. kyselina sírová a vznikajúci N'-alkylbisbenzylidenderivát, ktorý sa použije ďalej na hydrolýzu nie je potrebné z predchádzajúceho stupňa syntézy izolovať. Spôsob podľa vynálezu poskytuje produkty v pomerne dobrom výťažku a vo vysokej čistote.

V príkladoch, ktoré ilustrujú ale neobmedzujú metódu prípravy, je uvedený spô-

sob prípravy vybraných zlúčenín, ktoré sú charakterizované svojimi fyzikálnymi konštantami.

Príklad 1

V 300 ml suchého benzénu sa rozpustí 0,3 mol bisbenzylidén bis(2-aminoetyl)amínu [prípraveného reakciou benzaldehydu a bis(2-aminoetyl)amínu v kvantitatívnom výťažku], zahreje sa k varu a pridá sa 0,15 mol 1-brómnnonánu. Reakčná zmes sa zahrieva pod spätným tokom 8 hodín. Po ochladení sa pridá rovnaký objem suchého éteru, zmes sa prefiltruje, z filtrátu sa odparia rozpúšťadlá a k zvyšku sa pridá 0,5 mol konc. kyseliny sírovej a 100 ml vody. Zahrieva sa pod spätným tokom 1 hodinu, po ochladení sa extrahuje éterom a k vodnému podielu sa pridá 50% vodný roztok NaOH, kým sa neoddelí amín. Tento sa extrahuje éte-

rom, vysuší tuhým NaOH a po odparení rozpúšťadla sa redestiluje vo vákuu.

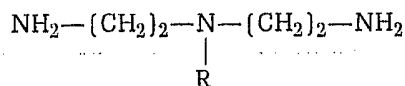
Produktom je bis(2-aminoetyl)nonylamín, ktorý má t. v. 176 až 178 °C/1,3 až 1,6 kPa; $n_D^{20} = 1,4673$; R_f (sústava acetón : 1 N HCl 1 : 1, Silufol, detekcia Dragendorfovým činidlom v Muniérovej modifikácii) = 0,81; výťažok 67 % teórie; IČ v NH_2 dublet 3338 a 3271 cm^{-1} .

Príklad 2

Pracovný postup je ten istý ako v príklade 1 s tým rozdielom, že do reakcie sa použil 1-brómpentadekán a prostredím bol suchý toluén. Produkt, ktorým bol bis(2-aminoetyl)pentadecylamín mal t. v. 190 °C/67 Pa; t. t. 29 až 31 °C; $R_f = 0,60$; výťažok 68 perc. teórie; IČ v NH_2 dublet 3346 a 3227 cm^{-1} .

PREDMET VYNÁLEZU

1. Bis(2-aminoetyl)alkylamíny všeobecného vzorca

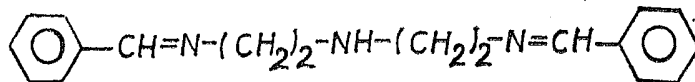


kde R značí alkylový reťazec s počtom atómov uhlíka 9 až 11 a 13 až 16.

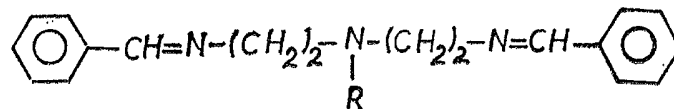
2. Spôsob prípravy zlúčenín vzorca ako v bode 1, vyznačený tým, že reagujú 1-brómalikány všeobecného vzorca



kde R značí to isté ako v bode 1 s bisbenzylidénbis(2-aminoetyl)amínom vzorca



vo vriacom suchom benzéne alebo toluéneza vzniku zlúčenín vzorca



ktoré sa potom hydrolyzujú pôsobením vo-dy za prítomnosti koncentrovanej kyseliny sírovej ako katalyzátora.