

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42532

Kl 12 q, 1/01

VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“

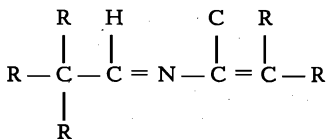
Leuna, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytwarzania pochodnych amin alkilidenowinyłowych zawierających siarkę

Patent trwa od dnia 29 października 1957 r.

Pierwszeństwo: 12 lutego 1957 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Stwierdzono, że można otrzymać cenne związki, zawierające azot i siarkę, które mogą być stosowane jako środki owadobójcze lub jako surowce do ich wytwarzania, jeśli na aminy alkilidenowinyłowe na przykład o następującej budowie



działać siarką w podwyższonej temperaturze w obecności rozpuszczalnika, lub bez rozpuszczalnika.

R oznacza wodór, alkil lub aryl. Sąsiadujące R mogą należeć do wspólnego systemu pierścieniowego, który może również zawierać heteroatom.

Reakcję aminy alkilidenowinyłowej z siarką najkorzystniej prowadzi się w temperaturze 100÷150°C. Jako rozpuszczalnik może być na przykład stosowany dwumetyloformamid.

Zamiast elementarnej siarki można do reakcji używać organiczne, albo nieorganiczne wielosiarczki.

Jeśli jako materiał wyjściowy stosuje się aminy alkilidenowinyłowe, które wytwarza się w znany sposób przez działanie amoniaku na związki karbonyłowe, w szczególności aldehydy, przede wszystkim na aldehydy rozgałęzione, wówczas sulfurowanie aminy alkilidenowinyłowej prowadzi się z jednoczesnym jej wytwarzaniem. W tym celu amoniak wprowadza się do mieszaniny aldehydu i siarki, powstałą wodę oddziela się na przykład przez azeotropową destylację i otrzymaną mieszaninę powoli ogrzewa się do temperatury reakcji.

W celu wydzielenia produktu reakcji przeprowadza się destylację próżniową. Otrzymuje się obok nieokreślonych, cuchnących produktów ubocznych dwa główne produkty. Jeden związek niskowrzący, zawierający azot i siarkę, otrzymuje się z dobrą wydajnością, zaś drugi, również zawierający azot i siarkę, otrzymuje się z nieco mniejszą wydajnością.

Temperatura wrzenia tego ostatniego jest wyższa od pierwszego związku, a ciężar cząsteczkowy jest prawie dwa razy większy.

Do reakcji mogą być stosowane również mieszaniny aldehydów, które powstają przy dehydratacji wyżej wrzących frakcji oleju izobutylowego.

Przykład I. 800 g aminy izobutyleno- β -dymetylo-winyłowej i 205 g siarki ogrzewa się w ciągu 4 godzin w temperaturze 150°C. Czerwono-brązowy produkt reakcji destyluje się pod próżnią. Otrzymuje się 400 g związku, zawierającego azot i siarkę i o temperaturze wrzenia 55–56° przy ciśnieniu 5 mm Hg, o temperaturze topnienia pikrynianu 116°C. Poza tym otrzymuje się również 280 g związku o temperaturze wrzenia 115°C przy 5 mm Hg.

Przykład II. 800 g aminy izoheksyleno- β -metylo- β -propylo-winyłowej i 140 g siarki ogrzewa się tak jak w przykładzie I i następnie destyluje pod próżnią. Otrzymuje się 400 g związku, zawierającego azot i siarkę, o temperaturze wrzenia 90° pod ciśnieniem 5 mm Hg, o temperaturze topnienia pikrynianu 279°C, jak również ponad 290 g substancji wyżej wrzącej o temperaturze wrzenia 150°C pod ciśnieniem 5 mm Hg.

Przykład III. Do mieszaniny 1704 g aldehydu izomasłowego i 384 g siarki wpuszcza się gazowy NH_3 . Temperatura mieszaniny podnosi się

i pozostaje przez kilka godzin nie zmienna. Mieszanie tej pozwala się ostygnąć w strumieniu amoniaku. Następnie przez powolne ogrzewanie odparza się wodę reakcyjną, a pozostałość ogrzewa w ciągu 3 godzin w temperaturze 150°C. Otrzymuje się ponad 800 g związku, zawierającego azot i siarkę, o temperaturze wrzenia 55–56°C, i temperaturze topnienia pikrynianu 116°C, oraz ponad 350 g substancji o temperaturze wrzenia 115°C pod ciśnieniem 5 mm Hg.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania pochodnych amin alkilidenowinylicowych, zawierających siarkę, znamienny tym, że na aminę alkilidenowinyłową działa się siarką w podwyższonej temperaturze w obecności rozpuszczalnika lub bez rozpuszczalnika.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do sulfurowania zamiast siarki elementarnej stosuje się organiczne lub nieorganiczne wielosiarczki.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że jako materiał wejściowy stosuje się aminy alkilidenowinyłowe, które otrzymuje się przez działanie amoniaku na związki karbonyłowe.
4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tym, że sulfurowanie amin alkilidenowinyłowych prowadzi się jednocześnie z ich wytwarzaniem.

VEB Leuna-Werke

„Walter Ulbricht“

Zastępca: mgr Józef Kamiński,

rzecznik patentowy