



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

200 992

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 16 03 79
(21) PV 1755-79

(51) Int. Cl. ³C 07 C 85/18
C 07 C 87/16

(40) Zverejnené 31 01 80
(45) Vydané 01 02 83

(75)

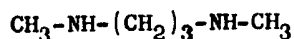
Autor vynálezu DEVINSKY FERDINAND ing.,
LACKO IVAN ing. a
BAKOVÁ TÁŇA, BRATISLAVA

(54)

Spôsob prípravy N,N'-dimetyl-1,3-propándiamínu

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy N,N'-dimetyl-1,3-propándiamínu vzorca



Táto zlúčenina sa využíva v priemysle napr. ako monomér pri kopolymerizáciách, ako antio-
xidant, stabilizátor do fotoemulzií, ale aj ako východisková surovina pri príprave ďalších
jej derivátov, ktoré vykazujú medzi iným aj účinky na živé organizmy, predovšetkým letálne
účinky na mikroorganizmy. V súčasnosti je známych niekoľko metód prípravy tejto zlúčeniny,
ktoré však majú tú nevýhodu, že buď dávajú nízke výťažky, alebo sa jedná o viacstupňovú
syntézu spojenú s niekoľkonásobnou izoláciou medziproduktov. Takto sa napríklad pripravuje
z N,N'-bis(fenylmetyl)-1,3-propándiamínu diazotáciou s NaNO_2 a HCl , prípadne z 1,3-dibróm-
propánu a vodno-etanolického roztoku metylamínu. V oboch prípadoch vznikajú produkty níz-
kej čistoty a v nízkych výťažkoch.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa v jed-
nej aparatúre cestou troch medziproduktov, ktoré sa neizolujú, hydrolýzou amóniovej soli
bis(benzylidénmetyl)-1,3-propándiamínu, pripravenej z 1,3-propándiamínu a benzaldehydu
s následnou alkyláciou dimetylsulfátom, koncentrovanou kyselinou sírovou pripraví produkt
vo výťažku až 85 % teórie.

200 992

Príklad

0,5 mol 1,3-propándiamínu sa v 200 ml suchého benzénu zmieša s 1,2 mol benzaldehydu. Zmes sa povarí 30 minút, potom sa reakčná voda a benzén oddestilujú. K takto vzniknutej Schiffovej zásade sa pridá 1,2-mol dimetylsulfátu v 400 ml benzénu. Po pridání všetkého alkylačného činidla sa reakčná zmes povarí 1 hodinu. Po tomto čase sa benzén a nezreagovaný dimetylsulfát oddestiluje a k reakčnému zvyšku, ktorým je amóniová soľ bis(benzylidénmetyl)-1,3-propándiamínu, sa pridá 400 ml vody a 1 mol koncentrovanej kyseliny sírovej. Povarí sa 1 hodinu a reakčná zmes sa podrobí destilácii s vodnou parou. K zvyšku po destilácii sa pridá pevný NaOH a po oddelení vrstiev sa amín extrahuje éterom. Po vysušení extraktov a oddestilovaní éteru sa amín predestiluje. Získa sa produkt vo výťažku 85 % teórie /počítané na východiskový 1,3-propándiamín/. T.v. 142 až 145 °C/101,3 kPa; $n_D^{20} = 1,4428$; IČ-spektrálne charakteristiky: $\nu(\text{NH})$ intenzívny pás 3280 cm^{-1} , $\delta(\text{NH})$ intenzívny pás 740 cm^{-1} , $\nu(\text{N-CH}_2)$ 2690 cm^{-1} , $\nu(\text{C-N})$ intenzívny dublet pásov 1140, 1120 cm^{-1} /namerané v pôvodnom stave ako film/.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy N,N'-dimetyl-1,3-propándiamínu vyznačujúci sa tým, že sa nechá zreagovať 1,3-propándiamín s benzaldehydom a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vznikajúca amóniová soľ bis(benzylidénmetyl)-1,3-propándiamínu sa hydrolyzuje koncentrovanou kyselinou sírovou.