



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlásené 22 06 78

(21) PV 4110-78

(40) Zverejnené 31 03 80

(45) Vydané 30 04 83

201 715

(11) (B1)

(51) Int. Cl. <sup>3</sup>C 07 C 85/26

// C 07 C 135/02

(75)

Autor vynálezu

DEVÍNSKY FERDINAND ing.,

LACKO IVAN ing. a

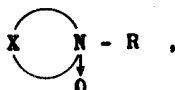
KRASNEC ĽUDOVÍT prof. RNDr., BRATISLAVA

(54)

Spôsob izolácie bezvodých nearomatických aminosídrov

1

Vynález sa týka spôsobu izolácie bezvodých nearomatických aminosídrov obecného vzorca



kde R značí alifatický reťazec s počtom atómov uhlíka 1 až 18 a X značí  $(\text{CH}_2)_4$ ,  $(\text{CH}_2)_5$ ,  $(\text{CH}_2)_6$ ,  $(\text{CH}_2)_7$ ,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$ ,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{O})\text{R}$ , kde R má horeuvedený význam. Nearomatické aminosídro, ktoré sa v súčasnosti priemyselne vyrábajú, sa pripravujú pre použitie ako viac alebo menej koncentrované vodné roztoky /20 až 50 %/, čo úzko súvisí s ich spôsobom prípravy. Z týchto roztokov sa potom len veľmi ťažko /v dôsledku vynikajúcich povrchovoaktívnych vlastností aminosídrov/ dá izolovať čistá, bezvodá účinná látka, ktorú je potrebné získať pre niektoré účely /stanovenie fyzikálnych konštánt, fyzikálno-chemických vlastností, analytické účely apod./. Túto nevýhodu, sťaženú izoláciu z vodných roztokov, odstraňuje spôsob podľa vynálezu, ktorého pomocou sa dá z vodných roztokov azeotropickou destiláciou so suchým benzénom, zmesou suchého benzénu a suchého etanolu /1:1/ alebo suchým toulénom izolovať bezvodý aminosídro, prípadne sa dá z molekuly odstrániť aj kryštalicky viazaná voda.

Táto metóda izolácie sa osvedčila aj u takých aminosídrov, ktoré sa bežnými metódami nedali zbaviť vody a aj u takých, kde kryštalicky viazaná voda zostávala v molekule aj po sušení vo vákuovom exsíkátore nad  $\text{P}_2\text{O}_5$  pri tlaku 13 Pa, prípadne sa kryštalická voda neda-

la odstrániť ani sušením pri teplote 100 °C nad  $P_{40,10}$  a tlaku 1,6 kPa, ani mrazovou sublimáciou.

Na ilustráciu tejto metódy sú uvedené príklady, ktoré sú však obecné platné na každú z vyššie uvedených zlúčenín.

#### Príklad 1

Z reakčnej zmesi, ktorá po oxidácii obsahuje 37 g N,N'-dinonylpiperazín-N,N'-dioxidu, 30 ml metanolu a cca 50 g vody sa po oddestilovaní vody a rozpúšťadla pri teplote 50 °C a vákuu 1,6 kPa a následnou niekoľkonásobnou kryštalizáciou z bezvodých rozpúšťadiel získa produkt vo forme dihydrátu, t.t. 190 až 191 °C, elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=64,98/65,05; H=12,39/12,26; N=6,89/7,00. Infračervená spektroskopia: charakteristický široký intenzívny pás valenčnej vibrácie  $\nu(\text{OH})$  s maximom v oblasti 3400  $\text{cm}^{-1}$  a široký pás nízkej intenzity deformačnej vibrácie  $\delta(\text{OH})$  v oblasti 1600  $\text{cm}^{-1}$ .

Prítomnosť vody bola potvrdená aj  $^1\text{H}$ -NMR spektroskópiou. Kvantitatívne množstvo kryštalickej vody sa stanovilo termogravimetricky. Ak sa však po oddestilovaní rozpúšťadla po ukončení reakcie k reakčnej zmesi pridá suchý benzén, prípadne zmes suchého benzénu a suchého etanolu /1:1/ a oddestiluje sa pri teplote 50 °C a tlaku 1,6 kPa /tento postup sa opakuje päťkrát vždy s 50 ml sušiacoho roztoku/ získa sa bezvodý produkt s t.t. 185 až 186 °C; elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=71,30/71,22; H=12,51/12,49; N=7,56/7,60.

V infračervených spektrách neboli pozorované pásy charakteristické pre prítomnosť vody, ani v  $^1\text{H}$ -NMR spektrách sa nepozorovali signály prislúchajúce atómom vodíka z molekúl vody.

#### Príklad 2

Pracovný postup je podobný ako v príklade 1, namiesto N,N'-dinonylpiperazín-N,N'-dioxidu sa spracoval 4-propylmorfolín-N-oxid, ktorý po odparení rozpúšťadla bol bezfarebný olej. Na sušenie sa použil suchý toluén /5x50 ml/ a po vysušení a izolácii sa získal bezvodý produkt s t.t. 143 až 146 °C, elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=57,90/57,61; H=10,41/10,53; N=9,65/9,62.

Spektrálne záznamy /IČ, NMR/ dokázali neprítomnosť vody.

#### Príklad 3

Pracovný postup je podobný ako v príklade 1, spracoval sa však 1-tetradecylperhydroazocín-N-oxid, ktorý bol po odparení rozpúšťadla bezfarebný olej. Na sušenie sa použil suchý benzén /5x50 ml/ a po vysušení a izolácii sa získal bezvodý produkt s t.t. 115 až 116 °C, elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=77,47/77,32; H=13,31/13,57; N=4,30/4,36.

Spektrálne záznamy /IČ, NMR/ dokázali neprítomnosť vody.

## Príklad 4

Pracovný postup je podobný ako v príklade 1, spracoval sa však 1-hexadecylpyrolidín-N-oxid, ktorý po odparení rozpúšťadla bol bezfarebný olej. Na sušenie sa použila zmes suchého benzénu a suchého etanolu /1:1/ a po vysušení a izolácii sa získal bezvodý produkt s t.t. 120 až 121 °C, elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=77,10/77,15; H=13,26/13,18; N=4,50/4,41.

Spektrálne záznamy /IČ, NMR/ dokázali neprítomnosť vody.

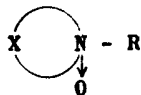
## Príklad 5

Pracovný postup je podobný ako v príklade 1, spracoval sa však 1-metylperhydroazepín-N-oxid, ktorý po odparení rozpúšťadla bol bezfarebný olej. Na sušenie sa použil suchý toluén a po vysušení a izolácii sa získal bezvodý produkt s t.t. 168 až 170 °C, elementárna analýza (vypočítané/nájdene %): C=65,08/64,89; H=11,70/11,62; N=10,83/10,63.

Spektrálne záznamy /IČ, NMR/ dokázali neprítomnosť vody.

## P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob izolácie bezvodých nearomatických aminoroxidov obecného vzorca



kde R značí alifatický reťazec s počtom atómov uhlíka 1 až 18 a X značí  $(\text{CH}_2)_4$ ,  $(\text{CH}_2)_5$ ,  $(\text{CH}_2)_6$ ,  $(\text{CH}_2)_7$ ,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$ ,  $(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{O})\text{R}$ , kde R má horeuvedený význam, vyznačujúci sa tým, že sa podrobia azeotropickej destilácii so suchým benzénom, alebo zmesou suchého benzénu a suchého etanolu v pomere 1:1, alebo suchým toluénom pri teplote 50 °C a tlaku 1,6 kPa.