



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

195215

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 11 04 78
/21/ /PV 2356-78/

(40) Zverejnené 28 04 79

(45) Vydané 15 05 82

(51) Int. Cl.²
C 07 C 87/16

(75)

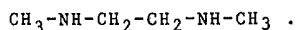
Autor vynálezu

DEVÍNSKY FERDINAND ing., LACKO IVAN ing.
a KRÁSNEC LUDOVÍT prof. RNDr., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy N,N'-dimetyl-1,2-etándiamínu

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy N,N'-dimetyl-1,2-etándiamínu vzorca



Táto zlúčenina má široké využitie v priemysle predovšetkým ako monomér pri polymerizáciách, ale aj ako východisková surovina pri príprave mnohých derivátov. Tieto deriváty majú medzi iným aj výrazné biologické účinky, z ktorých sú nezanedbateľné hlavne letálne účinky na rôzne kmene mikroorganizmov. V súčasnosti je známych niekoľko metód prípravy tejto zlúčeniny, ktoré však majú tú nevýhodu, že buď dávajú nízke výťažky, alebo sa jedná o viacstupňové syntézy spojené s niekoľkonásobnou izoláciou medziproduktov. Tak napr. sú popísané metódy prípravy hydrolyzou N,N'-dimetyl-N,N'-bis/benzénsulfonfyl/etándiamínu, prípadne N,N'-dip-toluénsulfonfyl-N,N'-dimetyletándiamínu alebo pôsobením hydrogénsiričitanu sodného na N,N'-dimetyl-N,N'-bis/4-nitrozofenyl/etándiamínu, prípadne pôsobením kvapalného metylamínu na etylénbromid. Vo všetkých prípadoch sú však výťažky neuspokojivo nízke.

Podľa obcej metódy prípravy popísanej pre mono-N-metylované sekundárne amíny /cestou Schiffovej bázy, jej amóniovej soli a hydrolyzy tejto vodou/, ktorá však nie je popísaná pre zlúčeninu, ktorá je predmetom vynálezu, sa získa produkt v 60% výťažku.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa v jednom stupni cestou troch medzi-

2

produktov pripravených reakciou 1,2-etándiamínu a benzaldehydu a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vzniknutá amóniová soľ bis/benzylidénmetyl/-1,2-etándiamínu hydrolyzuje koncentrovanou kyselinou sírovou. Výsledný produkt vzniká vo výťažku až 90 % teórie.

P r í k l a d

0,5 mol 1,2-etándiamínu sa rozpustí v 200 ml suchého benzénu a pomaly sa prileje 1,2 mol benzaldehydu. Zmes sa zahreje pod spätným tokom k varu a udržiava sa pri tejto teplote 30 minút. Potom sa reakciou vzniknutá voda oddestiluje azeotropne s benzénom, čím sa vzniknutá Schiffova zásada dokonale vysuší. K tomuto produktu sa za miešania a laboratórnej teploty pridá 1,2 mol čerstvo predestilovaného dimetylsulfátu rozpusteného v 400 ml suchého benzénu. Po odznení exotermickej reakcie sa zmes zahrieva pod spätným tokom 1 hodinu. Potom sa za vákuu oddestiluje benzén a nezreagovaný dimetylsulfát a k reakčnému zvyšku /ktorým je amóniová soľ bis/benzylidénmetyl/-1,2-etándiamínu/ sa pridá 400 ml vody a 1 mol koncentrovanej kyseliny sírovej. Po povarení 1 hodinu sa reakčná zmes podrobí destilácii s vodnou parou. K zvyšku po tejto destilácii /ktorým je N,N'-dimetyl-1,2-etándiamónium-sulfát/ sa za chladenia pridá potrebné množstvo pevného NaOH /až do zásaditej reakcie/. Po oddelení vrstiev sa produkt /N,N'-dimetyl-1,2-etándiamín/ extrahuje éterom, éterický extrakt sa vysuší pevným NaOH a po oddestilovaní rozpúšťadla sa

produkt predestiluje. Získa sa vo výťažku 90 % teórie, počítané na 1,2-etándiamín. Teplota varu 119 až 120 °C, $n_D^{20} = 1,4318$.

Čistota produktu bola kontrolovaná tenkovrstevnou chromatografiou, štruktúra overená IČ a $^1\text{H-NMR}$ spektroskópiou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy N,N-dimetyl-1,2-etándiamínu vyznačený tým, že sa nechá zreagovať 1,2-etándiamín s benzaldehydom a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vznikajúca soľ bis/benzylidénmetyl-1,2-etándiamínu sa hydrolyzuje koncentrovanou kyselinou sírovou.