



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

212102

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 D 241/38

(22) Prihlášené 06 08 80
(21) (PV 5424-80)

(40) Zverejnené 31 07 81

(45) Vydané 15 05 84

(75)

Autor vynálezu

HRACHOVCOVÁ MÁRIA RNDr., ŠRAGA JÁN RNDr. CSc., TOMA ŠTEFAN doc. RNDr. CSc.,
ELEČKO PAVOL RNDr. CSc., BRATISLAVA,
DURMIS JÚLIUS ing. CSc., JUR PRI BRATISLAVE,
KARVAŠ MILAN ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu

Zistili sme, že je možné pripraviť zo
7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-
-dionu hydrogenáciou vodíkom v prítomnosti
mednato-chromitého katalyzátora 7,15-di-
azadispiro[5,1,5,3]hexadekán.

Doterajšie známe spôsoby prípravy 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu sú založené na redukcii 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-diónu hydridmi kovov, najmä litium-alumíniumhydridom v éteri. Takýto spôsob je vhodný len pre laboratórne práce.

Teraz bolo zistené, že je možné pripraviť 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán hydrogenáciou 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-diónu vodíkom v prítomnosti meďnato-chromitého (Adkinsovho) katalyzátora pri teplote 180 až 240 °C a tlaku 20 až 24 MPa vo vhodnom rozpúšťadle. Po oddelení katalyzátora napr. odstredením a oddestilovaním rozpúšťadla sa získa v kvantitatívnom výťažku veľmi čistý 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán.

P r í k l a d 1

7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán

Zmes 25,0 g (0,1 mol) 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-diónu, 10 g Adkinsovho katalyzátora (W. A. Lazier, H. R. Arnold, Org. Syn. Coll. Vol. II, 142 1943) a 150 ml dioxánu, zbaveného peroxidov sa hydrogenuje počas 8 h pri teplote 220 °C a tlaku 22 MPa. Katalyzátor sa odstráni (najlepšie centrifugovaním), dioxán sa oddestiluje (rot. vák. od-parka) a tuhý zvyšok je dostatočne čistý pre ďalšie použitie.

Teplota topenia 85 až 88 °C, výťažok kvantitatívny.

Dobré výťažky i čistota produktu sa dosiahnu pri použití 240 °C a 20 MPa alebo 180 °C a 24 MPa. Ako rozpúšťadlá sa osvedčili dioxán, tetrahydrofurán.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekánu vyznačujúci sa tým, že 7,15-diazadispiro[5,1,5,3]hexadekán-14,16-dión sa hydrogenuje vodíkom v prítomnosti meďnato-chromitého katalyzátora pri teplote 180 až 240 °C, tlaku 20 až 24 MPa vo vhodnom rozpúšťadle.