



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

256557

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 D 487/18

[22] Prihlášené 14 01 85
[21] (PV 271-85)

[40] Zverejnené 17 09 87

[45] Vydané 15 11 88

[75]

Autor vynálezu

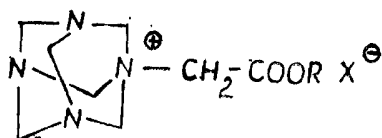
DIMUN MILAN ing., PRIEVIDZA, ZEMAN SVATOPLUK ing., KOŠŠUTH JAROSLAV ing., MICHALOVCE, BLÁHA JAROMÍR ing., PRAHA, SOKOL DRAHOMÍR ing. CSc., HRADEC KRÁLOVÉ, MIKEŠTÍK ANTONÍN ing., KOSTKOVÁ VIKTÓRIA ing., PRIEVIDZA, KABÁTOVÁ VIERA ing., BELKO DUŠAN ing., TRUCHLIK ŠTEFAN RNDr., ŽILINA

(54) Spôsob prípravy hexametyléntetramínových kvartérnych solí

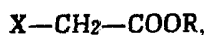
1

2

Spôsob prípravy hexametyléntetramínových kvartérnych solí vzorca:



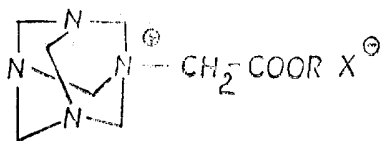
reakciou hexametyléntetramínu s halogénacetátmi vzorca:



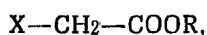
kde

X je Br, Cl alebo I a R je alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka. Podstatou vynálezu je tá skutočnosť, že pri teplote 0 až 120 °C, v procese mokrého mletia, po dobu 1 až 120 minút sa pôsobí na 1 molárny diel kvapalného halogénacetátu, pri absencii rozpúšťadla, 1 molárnym dielom hexametyléntetramínu. Získané produkty sú vhodné ako baktericídne a fungicídne prísady do náterov, latexov, lepidiel, rezných olejov a pod.

Uvedené nedostatky rieši tento vynález, podľa ktorého spôsob prípravy kvartérnych solí vzorca:



reakciou hexametyléntetramínu s halogénacetátmi vzorca:



kde

X je Br, Cl alebo I a R je alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, sa uskutočňuje tak, že pri teplote 0° až 120 °C, v procese mokrého mletia, po dobu 1 až 120 minút, sa pôsobí na 1 molárny diel kvapalného halogénacetátu, pri absencii rozpúšťadla, 1 molárnym dielom hexametyléntetramínu.

Pokrok vynálezu sa prejavuje technickými účinkami, najmä skrátením reakčného času a odstránením problémov práce s rozpúšťadlami.

Hospodársky pokrok riešenia sa prejavuje znížením výrobných nákladov, zľavnením výrobkov, znížením prácností, úsporou surovín, energie atď.

Z hľadiska spoločenského má význam aj zvýšenie bezpečnosti práce a zlepšenie hygienických podmienok v spojitosti so zameraním pracovného a životného prostredia haloderivátmi.

V tomto tzv. „slurry procese“ je možné podľa povahy halogénacetátu voliť malý prebytok jednej zo vstupujúcich reaktans, ktorý sa neprejaví na znížení účinku výrobku.

Príprava kvartérnych solí v zmysle vynálezu je dokumentovaná nasledujúcimi príkladmi, ktoré však v žiadnom prípade nevylučujú možnosť variability prípravy predmetných substancií.

Príklad 1

Do šnekového malaxéru z neiskrivej ocele s objemom 500 cm³ sa nasype 140,0 g hexametyléntetramínu (1 mól). Pri laboratórnej teplote 24 °C za stáleho miešania sa postupne dávkuje 167,0 g (1 mól) etylesteru kyseliny brómovej cez štádium kaše, ktorá sa ohrieva uvoľneným kvartérizačným teplom udržiavaním na hodnote 70 °C. Po hodine malaxovania sa produkt pomelie. Rezultuje 306,0 g kvartérnej soli, to je 99,7 % oproti teórii.

Poznámka: uvoľnené reakčné teplo môže spôsobiť zvýšenie teploty, ktorá presahuje teplotu rozkladu produktu.

Pomocou diferenčnej termickej analýzy (DTA), pracujúcej s rýchlosťou lineárneho vzostupu teploty 5 °C . min⁻¹, meracím rozsahom 1 mV na škálu stupnice a navážkami 50 až 70 mg vzorky je nájdený počiatočný exotermického rozkladu v pevnom skupenstve pri 117,0 °C. Ďalej prvý pík exo-rozkladu pri 142,4 °C; endo-pík pri 146,0 °C a druhý pík exo-rozkladu pri 150,6 °C. K zmene charakteru rozkladu dochádza pri teplote 135,2 °C.

Stanovená teplota topenia vzorky na mikrovýhrevnom stolku „Boetius“ je 142—143 stupňov C.

Produkt má v IČ-spektre dvojicu esteroých pásov cca 1740 a 1290 cm⁻¹ a štvoricu „urotropínových“ pásov (s nepatrnými posunmi). Pásky medzi 3 000—2 800 cm⁻¹ patria valenčným vibráciám C—H väzieb, podľa očakávania najsilnejšie sú $\nu_{as} CH_2$ cca 2920 cm⁻¹. V oblasti deformačných vibrácií C—H väzieb je tiež najsilnejší pás δ_{CH_2} sciccor cca 1470 cm⁻¹ a prítomný je tiež pás tzv. aktívnych CH₂ skupín cca 1410 cm⁻¹ (aktívne = vedľa skupín s — I efektom).

Príklad 2

Postupuje sa ako v príklade 1, len s tým rozdielom, že sú použité estery s rôznym R. Výsledky sú zhrnuté v tabuľke 1.

Tabuľka 1

Pokus č.	R	Výťažok (%)	Teplota topenia (°C)
1.	metyl	99,9	146
2.	2-propanyl	99,7	140
3.	2-bromallyl	99,0	141
4.	allyl	99,8	149
5.	2-chlórallyl	99,5	144

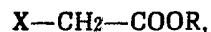
Za obdobných podmienok s rovnakým účinkom vznikajú kvartérne soli s esterami, v ktorých R je 2,3-dichlórallyl, n-butyl, respektíve izobutyl pre $X = Cl$ alebo I.

Získané produkty postupom podľa vynálezu sú vhodné ako bakteriocídne a fungicídne prísady do náterov, latexov, lepidiel, rezných olejov a pod.

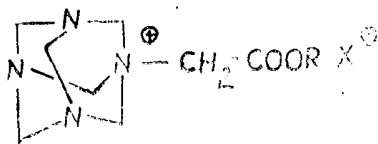
PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy hexametyléntetramíniových kvartérnych solí vzorca:

reakciou hexametyléntetramínu s halogénacetátmi vzorca



kde



X je Br, Cl alebo I a R je alkyl s 1 až 4 atómami uhlíka, vyznačujúci sa tým, že pri teplote 0° až $120^\circ C$, v procese mokrého mletia, po dobu 1 až 120 minút, sa pôsobí na 1 molárny diel kvapalného halogénacetátu, pri absencii rozpúšťadla, 1 molárnym dielom hexametyléntetramínu.