



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

198969

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 15 11 78

(21) PV 7434-78

(51) Int. Cl.³ C 07 C 87/14

(40) Zverejnené 17 09 79

(45) Vydané 01 8 82

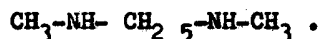
(75)

Autor vynálezu DEVÍNSKY FERDINAND ing. a
LACKO IVAN ing.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy N,N'-dimetyl-1,5-pentándiamínu

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy N,N'-dimetyl-1,5-pentándiamínu vzorca



Táto zlúčenina sa využíva v priemysle, predovšetkým však slúži ako východisková surovina pri príprave mnohých derivátov. Tieto deriváty majú medzi iným aj výrazné biologické účinky, z ktorých sú dôležité medzi iným aj 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. je možné pripraviť túto zlúčeninu hydrolyzou N,N'-di-p-tolénsulfonyl-N,N'-dimetyl-1,5-pentándiamínu, prípadne pôsobením kvapalného metylamínu na 1,5-dibrómpentán. Výťažky sú však neuspokojivo nízke.

Podľa obecnej metódy prípravy popísanej pre mono-N-metylované alifatické 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 postup podľa vynálezu, ktorého podstatou je, že sa v jednom stupni cez tri medziprodukty, ktoré nie je potrebné izolovať, nechá zreagovať 1,5-pentándiamín s benzaldehydom a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vznikajúca amóniová soľ bis/benzylidénmetyl-/-1,5-pentándiamínu sa hydrolyzuje koncentrovanou kyselinou sírovou.

198888

Prípraví sa produkt vo výťažku až 87 % teórie (počítané na východiskový 1,5-pentándiamín).

Príklad

49 g (0,5 mol) 1,5-pentándiamínu sa rozpustí v 200 ml suchého benzénu a pomaly sa pridá 1,2 mol benzaldehydu. Zmes sa zahreje pod spätným tokom k varu a udržiava sa pri tejto teplote 30 minút. Potom sa benzén a reakciou vzniknutá voda vákuovo oddestilujú. K odparku sa za miešania a laboratornej teploty pridá 1,2 mol dimetylsulfátu v 400 ml benzénu. Po odznení exotermickej reakcie sa zmes zahrieva pod spätným tokom 1 h, za vákua sa oddestiluje nezreagovaný dimetylsulfát a benzén a k zvyšku sa pridá 400 ml vody a 1 mol 98 % H_2SO_4 . Povarí sa 1 h a destiluje sa s vodnou parou. Po ochladení sa za miešania a chladenia pridá pevný NaOH, kým sa neoddeli amín. Amín sa extrahuje éterom, éterické extrakty sa vysušia pevným NaOH a po vysušení sa rozpúšťadlo oddestiluje za normálneho tlaku. Produkt sa predestiluje za vákua.

T.v. 98 až 100° C/2,7 kPa; $n_D^{20} = 1,4460$; výťažok 87 % teórie. IČ-spektrálne charakteristiky: $\nu(\text{NH})$ 3280 cm^{-1} ; $\sigma(\text{NH})$ široký intenzívny pás s maximom pri 747 cm^{-1} ; $\nu(\text{N-CH}_2)$ 2693 cm^{-1} ; $\sigma(\text{C-N})$ dublet 1128 a 1147 cm^{-1} .

Čistota produktu bola kontrolovaná tenkovrstevnou chromatografiou, elementárnou analýzou prvkov a štruktúra okrem IČ-spektroskopie potvrdená aj $^1\text{H-NMR}$ spektroskopiou.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy N,N'-dimetyl-1,5-pentándiamínu vyznačujúci sa tým, že sa nechá zrea-govať 1,5-pentándiamín s benzaldehydom a následnou alkyláciou dimetylsulfátom vznikajúca amóniová soľ bis(benzilidénmetyl)-1,5-pentándiamínu sa hydrolyzuje koncentrovanou kyselinou sírovou.