



FEDERÁLNÍ
ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

264500

(11) (B1)

[13]

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 103/70

(22) Přihlášeno 25 03 88

(21) PV 1983-88.J

(40) Zveřejněno 17 10 88

(45) Vydáno 15 11 89

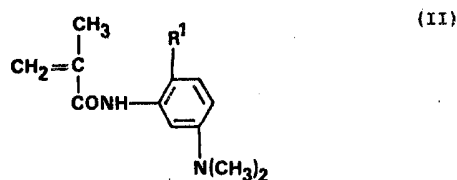
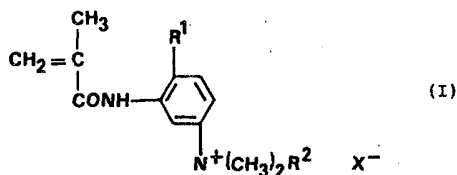
(75)

Autor vynálezu

LOKAJ JAN ing. CSc., BÍLÁ JITKA ing., PRAHA

(54) Kvarterní soli N-(3-dimethylaminofenyl) methakrylamidů a způsob jejich přípravy

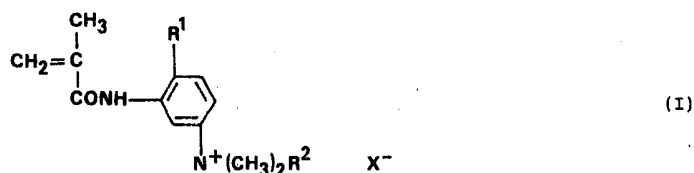
(57) Řešení se týká kvarterních solí N-(3-dimethylaminofenyl) methakrylamidů obecného vzorce I, v němž R^1 je atom vodíku nebo methylová skupina, R^2 představuje methylovou, ethylovou či allylovou skupinu a X je atom jodu nebo bromu. Způsob jejich přípravy spočívá v tom, že se na N-(3-dimethylaminofenyl) methakrylamidy obecného vzorce II, v němž R^1 je atom vodíku nebo skupina CH_3 , působí při teplotě místnosti ekvimolárním či nadbytečným množstvím alkyl-, resp. allylhalogenidu obecného vzorce R^2X , přičemž R^2 a X mají shora uvedený význam.



Vynález se týká kvarterních amoniových solí odvozených od N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů a způsobu jejich výroby.

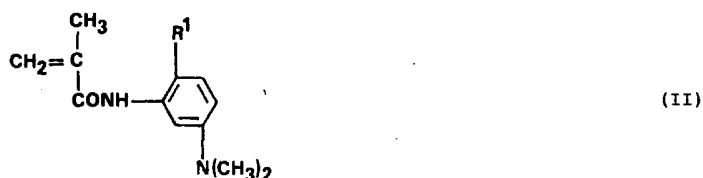
Tyto sloučeniny mohou být využity k přípravě polymerů obsahujících iontové skupiny a nebyly dosud v literatuře popsány.

Podstatou vynálezu jsou kvarterní soli N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů obecného vzorce I,



v němž R^1 znamená atom vodíku nebo methylovou skupinu, R^2 odpovídá methylové, ethylové či allylové skupině a X představuje atom jodu nebo bromu.

Způsob jejich přípravy podle vynálezu spočívá v tom, že se na N-(3-dimethylaminofenyl)-methakrylamidy obecného vzorce II,



v němž R^1 je atom vodíku nebo skupina CH_3 , působí při teplotě místnosti halogenidu obecného vzorce R^2X , přičemž R^2 mají shora uvedený význam. Přídavkem rozpouštědla, například acetonu, dimethylformamidu či acetonitrilu, se docílí homogenizace směsi a tím také usnadnění reakčního průběhu. Zejména se osvědčují rozpouštědla s vysokou dielektrickou konstantou, v nichž probíhá kvarternizace výrazně rychleji než v nepolárních rozpouštědlech. Obvykle se postupuje tak, že se připraví nasycený acetonový roztok N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidu (cca 20 % hmotnostních substituovaného amidu), k němuž se přidá dvojnásobné molární množství alkyl, resp. allylhalogenidu. Reakční směs se potom ponechá stát při teplotě místnosti. Vyloučená kvarterní amoniová sůl se extrahuje benzenem, který rozpouští výchozí reakční komponenty.

Způsob přípravy kvarterních solí N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidu obecného vzorce I je popsán v následujících příkladech.

P ř í k l a d 1

K 0,50 g (2,45 mmol) N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidu s teplotou tání 104 až 105 °C rozpuštěného v 2,5 cm³ acetonu se přidá 0,70 g (4,93 mmol) methyljodidu. Po 24 hodinách se z reakční směsi izoluje surový trimethyl(3-methakrylamidofenyl)amoniumjodid (0,80 g, tj. 94,1 % výtěžek), který se čistí extrakcí benzenem. Teplota tání získané kvarterní soli odpovídá 185 až 186 °C.

Analýza: $C_{13}H_{19}N_2O$, mol. hmot. 346,22;

Nalezeno: 45,34 % C, 5,44 % H, 7,99 % N, 37,02 % J;

Vypočteno: 45,10 % C, 5,53 % H, 8,09 % N, 36,66 % J.

P ř í k l a d 2

Stejným způsobem jako v příkladu 1 vznikne za 24 hodin z 0,89 g (4,36 mmol) N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidu a 1,05 g (8,68 mmol) allylbromidu ve 4,5 cm³ acetonu 1,23 g

(86,6% výtěžek) dimethylallyl(3-methakrylamidofenyl)amoniumbromidu. Po extrakci benzenem má teplotu tání 128 °C.

Analýza: $C_{15}H_{21}BrN_2O$, mol. hmot. 325,27;

Nalezeno: 55,23 % C, 6,66 % H, 8,38 % N, 24,56 % Br;

Vypočteno: 55,39 % C, 6,51 % H, 8,61 % N, 24,57 % Br.

P ř í k l a d 3

Stejným způsobem jako v příkladu 1 se kvarternizuje po dobu 24 hodin 1,09 g (5 mmol) N-(3-dimethylamino-6-methylfenyl)methakrylamidu s teplotou tání 103 až 104 °C methyljodidem (1,42 g, tj. 10 mmol) v 10 cm³ acetonu. Získá se 1,70 g (94,4% výtěžek) trimethyl-(3-methakrylamido-4-methylfenyl)amoniumjodidu, který taje při teplotě 184 až 185 °C.

Analýza: $C_{14}H_{21}JN_2O$, mol. hmot. 360,25;

Nalezeno: 46,74 % C, 5,96 % H, 7,74 % N, 35,33 % J;

Vypočteno: 46,68 % C, 5,88 % H, 7,78 % N, 35,23 % J.

P ř í k l a d 4

Stejným způsobem jako v příkladu 1 se získá po 24 hodinách ze směsi 0,5 g (2,29 mmol) N-(3-dimethylamino-6-methylfenyl)methakrylamidu, 0,55 g (4,55 mmol) allylbromidu a 2,5 cm³ acetonu 0,74 g (94,9% výtěžek) dimethylallyl(3-methakrylamido-4-methylfenyl)amoniumbromidu s teplotou tání 147 až 148 °C.

Analýza: $C_{16}H_{23}BrN_2O$, mol. hmot. 339,29;

Nalezeno: 57,09 % C, 7,02 % H, 8,12 % N, 24,27 % Br;

Vypočteno: 56,64 % C, 6,83 % H, 8,26 % N, 23,55 % Br.

P ř í k l a d 5

Stejným způsobem jako v příkladu 1 se připraví roztok 0,50 g (2,29 mmol) N-(3-dimethylamino-6-methylfenyl)methakrylamidu a 0,50 g (4,59 mmol) ethylbromidu v 2,5 cm³ acetonu. Po šesti dnech vykryštalizuje 0,20 g (26,7% výtěžek) dimethylethyl(3-methakrylamido-6-methylfenyl)amoniumbromidu, který po extrakci benzenem má teplotu tání 155 až 156 °C.

Analýza: $C_{15}H_{23}BrN_2O$, mol. hmot. 327,28;

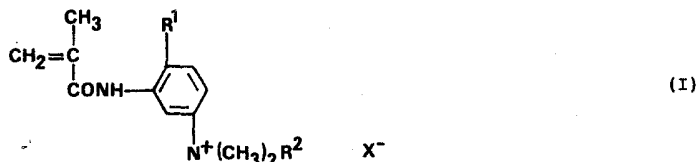
Nalezeno: 55,06 % C, 7,31 % H, 8,47 % N, 24,36 % Br;

Vypočteno: 55,05 % C, 7,08 % H, 8,56 % N, 24,42 % Br.

Kvarterní soli N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů jsou bílé krystalické látky s vysokou teplotou tání, které lze snadno připravovat v čistém stavu a bez potíží skladovat. S výjimkou dimethylethyl(3-methakrylamido-4-methylfenyl)amoniumbromidu (příklad 5) vznikají kvarternizací výchozích N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů s vysokými výtěžky už při teplotě místnosti. Jsou rozpustné v dimethylformamidu, chloroformu, ethanolu a ve vodě, nerozpouštějí se v benzenu a v alifatických uhlovodících. Mohou najít uplatnění jako monomery nebo komonomery k přípravě nových ionogenních polymerů, které lze využít jako polyelektrolyty, ionexové materiály, adheziva, flokulační, emulzifikační a disperzní činidla.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Kvarterní soli N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů obecného vzorce I,



v němž R^1 je atom vodíku nebo methylová skupina, R^2 představuje methylovou, ethylovou či allylovou skupinu a X je atom jodu nebo bromu.

2. Způsob výroby kvarterních solí N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidů podle bodu 1, vyznačený tím, že se N-(3-dimethylaminofenyl)methakrylamidy obecného vzorce II,



v němž R^1 má v bodu 1 uvedený význam, kvarternizují působením halogenidu obecného vzorce R^2X , kde R^2 a X mají v bodu 1 uvedený význam při teplotě místnosti a získané produkty se čistí extrakcí benzenem.