



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

ISSN 0433-6461

(11)

215 318

Int.Cl.³

3(51) C 07 F 7/22

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 F/ 2498 803

(22) 15.04.83

(44) 07.11.84

(71) MARTIN-LUTHER-UNIVERSITAET HALLE-WITTENBERG; HALLE, DD
(72) UHLIG, WOLFRAM, DR. DIPL.-CHEM.; TZSCHACH, ALFRED, PROF. DR. DIPL.-CHEM.;
KELLNER, KURT, DR. DIPL.-CHEM.; THUST, ULF, DR. DIPL.-CHEM.; DD;
KLEPEL, MANFRED, DR. DIPL.-CHEM.; DD;

(54) VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON DIORGANOAMINOMETHYL-TRIHALOGENSTANNANEN

(57) Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung dieser Substanzen zu entwickeln, das von einfach zugänglichen Verbindungen ausgeht und keine aufwendigen Technologien und umständliche Reaktionsführungen beinhaltet. Das Verfahren zur Herstellung der Diorganoaminomethyl-trihalogenstannane der allgemeinen Formel $R_2N-CH_2-SnX_3$, in der $R = \text{Alkyl, Aryl oder Cycloalkyl}$ sein kann und $X = \text{Cl, Br, I}$ bedeutet, ist gekennzeichnet durch die Umsetzung von wasserfreien Zinn(II)-halogeniden mit Diorganomethyleniminiumhalogeniden in einem Ether, vorzugsweise THF.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Herstellung von Diorganoaminomethyl-trihalogenstannanen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Diorganoaminomethyl-trihalogenstannanen, die als Zwischenprodukte zur Synthese biocid wirksamer Verbindungen von Interesse sind.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

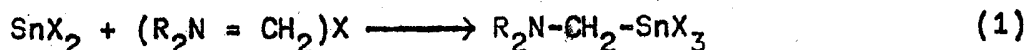
Diorganoaminomethyl-trihalogenstannane sind bisher nicht beschrieben. Bekannt sind lediglich die Diorganoaminomethyl-triorganostannane, die in einer aufwendigen Reaktion aus Triorgano(iodomethyl)stannanen und sekundären Aminen unter Zusatz verschiedener Basen erhalten werden (E.Abel und R.J.Rowley, J.Organometal.Chem. 97, 159 (1975); daselbst weitere Literaturzitate).

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Diorganoaminomethyl-trihalogenstannanen zu entwickeln, das von einfach zugänglichen Verbindungen ausgeht und keine aufwendigen Technologien und umständliche Reaktionsführungen beansprucht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

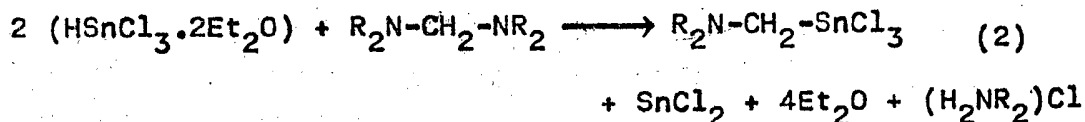
Die technische Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zu entwickeln, das es erlaubt, ausgehend von einfach zugänglichen Verbindungen die Diorganoaminomethyl-trihalogenstannane in glatter Reaktion zu gewinnen. Es wurde gefunden, daß Zinn(II)halogenide mit Diorganomethyleniminiumhalogeniden gemäß Gl.(1) in guten Ausbeuten zu Diorganoaminomethyl-trihalogenstannanen reagieren.



X = Cl, Br, I

Als Lösungsmittel können Diethylether, THF oder Dioxan verwendet werden. Die Diorganoaminomethyl-trihalogenstannane werden als weiße, kristalline Festkörper erhalten.

Die Diorganomethyleniminiumchloride können auch aus Bis(diorganoamino)methan und Chlorwasserstoff, der durch Abspaltung aus $\text{HSnCl}_3 \cdot 2\text{Et}_2\text{O}$ entsteht, erzeugt werden. Gemäß Gl.(2) führt die Umsetzung von $\text{HSnCl}_3 \cdot 2\text{Et}_2\text{O}$ mit Bis(diorganoamino)methan daher ebenfalls zu Diorganoaminomethyl-trihalogenstannanen.



Die Reaktion wird vorzugsweise in Ether bei 0°C durchgeführt. Zinn(II)chlorid und das Ammoniumchlorid werden mit Methanol aus dem Reaktionsprodukt ausgewaschen.

Ausführungsbeispiele

Im folgenden soll die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert werden:

Beispiel 1

Dimethylaminomethyl-trichlorstannan: 19 g (0,1 mol) wasserfreies Zinn(II)chlorid werden in 200 ml THF suspendiert. Man gibt portionsweise 9,3 g (0,1 mol) $(\text{Me}_2\text{N}=\text{CH}_2)\text{Cl}$ zu und rührt 8 Stunden bei Raumtemperatur. Der Niederschlag wird abfiltriert und im Vakuum getrocknet.

Fp: 200°C Ausbeute: 26,8 g (95% d.Th.)

Beispiel 2

Diethylaminomethyl-tribromstannan: 14 g (0,05 mol) wasserfreies Zinn(II)bromid werden in 150 ml THF gelöst. Man gibt portionsweise 8,3 g (0,05 mol) $(\text{Et}_2\text{N}=\text{CH}_2)\text{Br}$ zu und erhitzt anschließend einige Zeit am Rückfluß. Das Reaktionsprodukt wird mit Ether gefällt, abfiltriert und im Vakuum getrocknet.

Fp: 200°C (Zersetzung) Ausbeute: 18,9 g (85% d.Th.)

Beispiel 3

Piperidylaminomethyl-trichlorstannan: 19 g (0,1 mol) wasserfreies Zinn(II)chlorid werden in 200 ml THF suspendiert. Man gibt portionsweise 12,3 g (0,1 mol) Piperidylmethyleniminiumchlorid zu und erhitzt am Rückfluß. Das Reaktionsprodukt wird mit Ether gefällt, filtriert und im Vakuum getrocknet.

Fp: 135°C Ausbeute: 25,6 g (82% d.Th.)

Beispiel 4

Diisopropylaminomethyl-trichlorstannan: In eine Suspension von 9,5 g (0,05 mol) Zinn(II)chlorid in 150 ml Ether wird trockner Chlorwasserstoff bis zur Auflösung des Niederschlages eingeleitet. Anschließend tropft man unter Eiskühlung 5,3 g (0,025 mol) Bis(diisopropylamino)methan zu. Der ausgefallene Niederschlag wird mit Methylenchlorid und Methanol gewaschen. Der kristalline Rückstand wird im Vakuum getrocknet.

Fp: 178°C

Ausbeute: 5,2 g (61% d.Th.)

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von Diorganoaminomethyl-trihalogensnannen der allgemeinen Formel $R_2N-CH_2-SnX_3$ in der R = Alkyl, Aryl oder Cycloalkyl sein kann und X = Cl, Br, I bedeutet, gekennzeichnet durch die Umsetzung von Zinn(II)-halogeniden mit Diorganomethyleniminiumhalogeniden in einem Ether, vorzugsweise THF, wobei das Diorganomethyleniminiumhalogenid auch intermediär gebildet werden kann.