



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230334
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 233/42

(22) Prihlášené 06 12 82
(21) (PV 8791-82)

(40) Zverejnené 30 12 83

(45) Vydané 15 10 86

(75)

Autor vynálezu

LÁCOVÁ MARGITA doc. RNDr. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy imidazolín-2-tiónu

1

Vynález sa týka prípravy imidazolín-2-tiónu založenej na reakcii dihydrochloridu 1,2-etándiamínu so sírouhlíkom v zásaditom prostredí.

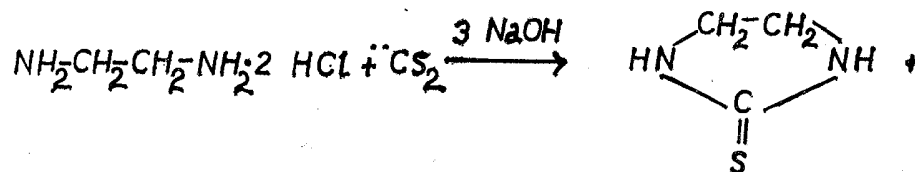
V literatúre doposiaľ popísané prípravy sa zakladajú na cyklizácii voľnej bázy 1,2-etándiamínu so sírouhlíkom v prítomnosti NaOH [Polgar Lajos, Schleer István, Hidasi Gyorgyi: maď. patent č. 157 635, 24. júla 1970], alebo bez alkalického zásady dodržiavaním pH 7—7,5 [Cran Dieter, Barnikel Carl Dieter patent NSR: Ger offen 2 703 312 03 aug. 1978], Allen C. O. Edens, James A. Van Allan: Org. Synthesis **26**, 34—35 (1946).

Nevýhodou uvedených syntéz hlavne z hľadiska technológie výroby je, že sa pracu-

2

je s agresívnou voľnou bázou, ktorá má vysokú tenziu pár, je toxická a nepríjemne zapácha, ďalej, že sa pracuje pri zvýšených teplotách od 60 do 105 °C, reakčné doby sú dlhé od 10 až 21 h. Všetky uvedené okolnosti zvyšujú náročnosť na technológiu výroby imidazolín-2-tiónu.

Uvedené nedostatky sa riešia postupom podľa vynálezu. Pri navrhovanom postupe sa vychádza z vodného roztoku dihydrochloridu 1,2-etándiamínu a etanického roztoku sírouhlíka. Reakcia sa uskutočňuje pri laboratórnej teplote za miešania a postupného pridávania vodného roztoku hydroxidu sodného. Čo sa dá ilustrovať nasledujúcou schémou:



Imidazolín-2-tión sa vylučuje z roztoku v priebehu reakcie vo forme bielej kryštalickej zrazeniny, ktorá sa odfiltruje o teplote topenia 196 až 197 °C. Produkt bol identifikovaný elementárnou analýzou, spektrami ^1H NMR a IČ. Výťažky sú 90 až 95 %. Odpadom reakcie je vodno-etanolický roztok NaCl a NaHS. Ďalšou výhodou navrhovaného postupu je, že sa pracuje pri teplote 25 až 35 °C.

Imidazolín-2-tión má široké aplikačné možnosti v priemysle a využíva sa napríklad ako urýchľovač vulkanizácie pre viaceré typy kaučukov, ako sú napr. diénové, acrylové, fluorované (Hoese Werner a kol.: Ger. /East/ 114 419, 1975, Appl. 182 467, 1974; Higgins John a kol.: US 3 654 005), ako kopolymer s formaldehydom, s benzéndiolom; ako antioxidant a tepelný stabilizátor pre polyoxymetylény (Ishida Shinichi a kol.: Ger. Offer. 2 126 251; Japan Appl. 70, 45 171). Využíva sa pri syntézach mnohých biologických

ky účinných látok, napr. reaguje s cefalosporínmi a penicilínmi na zlúčeniny s antibiologickými vlastnosťami. Uvedené možnosti využitia nevyčerpávajú všetky aplikácie imidazolín-2-tiónu v technickej a laboratórnej praxi, len poukazujú na význam zjednodušenia jeho výroby.

Príklad

Do 10 molárneho vodného roztoku dichloridu 1,2-etándiamínu za laboratórnej teploty a miešania sa prikvapkáva 10 molárny etanolický roztok sírouhlíka. Po jednej hodine miešania sa začne pridávať päťmolárny vodný roztok NaOH za stáleho intenzívneho miešania. Po pridaní celého množstva roztoku NaOH sa mieša ešte 4 hodiny pri 30 až 35 °C, vylúčená zrazenina sa odfiltruje. Teplota topenia 197 až 198 °C (lit. udáva 197 °C). Výťažok 92 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy imidazolín-2-tiónu vyznačujúci sa tým, že na ekvimolárnu zmes dihydrochloridu 1,2-etándiamínu a sírouhlíka sa pôsobí za miešania vodným roztokom

hydroxidu sodného pri teplote 25—35 °C a vznikajúca zrazenina imidazolín-2-tiónu sa odfiltruje.