



PATENTSCHRIFT

1 205 548

Int. Cl.: C 07 c

Deutsche Kl.: 12 q - 32/01

Nummer: 1 205 548

Aktenzeichen: B 66576 IV b/12 q

Anmeldetag: 29. März 1962

Auslegetag: 25. November 1965

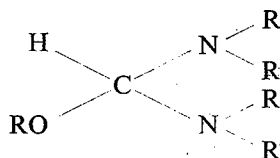
Ausgabetag: 7. Juli 1966

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

1

Ein älterer Vorschlag betrifft ein Verfahren zur Herstellung von N-substituierten Amidiniumsalzen durch Umsetzung von Säureamid-Dialkylsulfat-Komplexverbindungen mit Dialkylaminen.

Es wurde nun gefunden, daß man N,N,N',N'-Tetraalkyl-amidinium-alkylsulfate durch Umsetzung mit Alkoholaten in Aminalester der allgemeinen Formel



in der R einen Alkylrest bedeutet, überführen kann.

In Verbindung mit dem vorstehend erwähnten älteren Vorschlag lassen sich diese Aminalester auch direkt aus Säureamid-Dialkylsulfat-Komplexverbindungen ohne Isolierung des Amidiniumsalzes darstellen. So führt z. B. die Komplexverbindung aus Dimethylformamid und Dimethylsulfat nach Umsetzung mit Dimethylamin und weiterer Umsetzung mit Alkoholaten direkt zum Bis-dimethylaminoalkoxy-methan.

Diese leicht zugänglichen neuen Aminalester sind außerordentlich reaktionsfähige Verbindungen und dienen als Zwischenprodukte zur Herstellung von Cyaninen und Pharmazeutika.

Beispiel 1

Bis-dimethylamino-methoxy-methan

21,2 g (0,1 Mol) N,N,N',N'-Tetramethyl-formamidinium-methylsulfat tropft man unter Rühren zu einer Suspension von 6 g (0,11 Mol) Natriummethylat in Äther, erhitzt kurze Zeit zum Sieden und destilliert. Ausbeute: 10 g (76% der Theorie); Kp.₇₄₀ = 128°C.

Beispiel 2

In eine Suspension von 20 g (0,1 Mol) des Dimethylformamid-Dimethylsulfat-Komplexes in Äther leitet man 6,75 g (0,15 Mol) Dimethylamin ein, erhitzt zum Sieden und tropft das Reaktionsgemisch unter Rühren zu 6 g Natriummethylat in Äther. Man erhitzt zum Sieden und destilliert. Ausbeute: 9 g (68% der Theorie); Kp.₇₄₀ = 128°C.

Verfahren zur Herstellung von Aminalestern

Patentiert für:

Dr. phil. Hellmut Brederick,
Stuttgart W, Zeppelinstr. 149

Als Erfinder benannt:

Dr. phil. Hellmut Brederick,
Dr. Franz Effenberger, Stuttgart;
Dipl.-Chem. Gerhard Simchen, Ludwigsburg

2

Beispiel 3

Bis-dimethylamino-äthoxymethan

21,2 g (0,1 Mol) N,N,N',N'-Tetramethyl-formamidinium-methylsulfat tropft man unter Rühren zu 7,5 g (0,11 Mol) Natriumäthylat in Äther, erhitzt zum Sieden und destilliert. Ausbeute: 11 g (77% der Theorie); Kp.₇₄₀ = 136°C.

Beispiel 4

Bis-dimethylamino-isopropoxy-methan

106 g (0,5 Mol) Tetramethyl-formamidinium-methylsulfat werden unter Rühren in 20 Minuten zu 41 g (0,5 Mol) Natriumisopropylat in 500 ccm absolutem Äther getropft und 2 Stunden zum Sieden erhitzt. Danach wird filtriert und die ätherische Schicht fraktioniert. Ausbeute: 52 g (65% der Theorie); Kp.₁₅ = 38 bis 42°C; Kp.₇₃₆ = 151 bis 154°C.

Beispiel 5

Bis-dimethylamino-äthoxy-methan

106 g (0,5 Mol) Tetramethyl-formamidinium-methylsulfat werden unter Rühren während 20 Minuten zu 42 g (0,5 Mol) Kaliumäthylat in 500 ccm absolutem Äther getropft und noch 2 Stunden zum Sieden erhitzt. Danach wird filtriert und die ätherische Schicht an einer Kolonne fraktioniert. Ausbeute: 49 g (67% der Theorie); Kp.₇₃₆ = 136 bis 140°C.

3

Beispiel 6

Bis-dimethylamino-tert.butoxy-methan

106 g (0,5 Mol) Tetramethyl-formamidinium-methylsulfat werden innerhalb einer Viertelstunde unter Rühren zu 56 Kalium-tert.butylat in 180 ccm Äther getropft, noch 1 Stunde zum Sieden erhitzt und filtriert. Danach wird die ätherische Schicht im Vakuum fraktioniert. Ausbeute: 54 g (62% der Theorie); Kp.₋₁₉ = 58 bis 62°C; Kp.₇₄₀ = 155 bis 158°C.

Beispiel 7

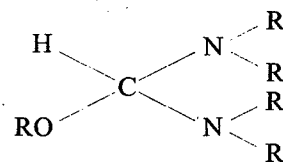
Dimethylamino-diäthylamino-methoxy-methan

75 g (0,3 Mol) N,N-Dimethyl-N',N'-diäthyl-formamidinium-methylsulfat werden unter Rühren zu 18 g (0,33 Mol) Natriummethylat in 300 ccm Äther getropft und 2 Stunden zum Sieden erhitzt. Danach wird filtriert und die ätherische Lösung fraktioniert. Ausbeute: 34 g (71% der Theorie); Kp.₇₄₀ = 155°C.

4

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Darstellung von Aminalestern der allgemeinen Formel



in der R einen Alkylrest bedeutet, dadurch gekennzeichnet, daß man N,N,N',N'-Tetraalkyl-amidinium-alkylsulfate mit Alkoholaten umsetzt.

2. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Amidiniumsalze, die durch Umsetzung von Säureamid-Dialkylsulfat-Komplexverbindungen mit Dialkylaminen hergestellt worden sind, ohne Isolierung in situ mit Alkoholaten umsetzt.