



## AUSLEGESCHRIFT

1 281 434

Int. Cl.: C 07 c  
C 09 kDeutsche Kl.: 12 o - 19/03  
22 f - 15Nummer: 1 281 434  
Aktenzeichen: P 12 81 434.5-42 (B 88448)  
Anmeldetag: 12. August 1966  
Auslegetag: 31. Oktober 1968

## 1

Tetra-kis-(dimethylamino)-äthylen wurde erstmals durch Umsetzung von Trifluorchloräthylen mit Dimethylamin dargestellt (R. L. Pruett und Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc., 72, 3646 [1950]). Ein weiteres Verfahren besteht im Erhitzen von geeigneten Aminalestern, wobei unter Abspaltung von Alkohol Tetra-kis-(dialkylamino)-äthylene entstehen (USA.-Patentschrift 3 239 534 vom 8. 3. 1966; H. E. Winberg und Mitarbeiter, J. Amer. chem. Soc., 87, 2055 [1965]). Die nach dieser Methode erhaltenen Ausbeuten sind, wie aus den Beispielen ersichtlich, verhältnismäßig gering, zum Teil wurden die erhaltenen Äthylenderivate nur durch ihre charakteristische Fluoreszenz nachgewiesen.

Es wurde nun ein Verfahren zur Herstellung von Tetra-kis-(dialkylamino)-äthylenen gefunden, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man Tris-(dialkylamino)-methan bis zur Zersetzung erhitzt. Die verwendeten Tris-(dialkylamino)-methane brauchen nicht in reinem Zustand isoliert zu werden, sondern lassen sich in situ verwenden.

Die Tetra-kis-(dialkylamino)-äthylene haben als stark fluoreszierende Substanz einen weiten Anwendungsbereich.

## Beispiel 1

14,5 g (0,05 Mol) Tris-dimethylamino-methan (H. Bredereck, F. Effenberger und Th. Brendle, Angewandte Chemie, 78, 147 [1966]) werden unter Rückfluß zum Sieden erhitzt (Ölbadtemperatur 170°C). Gleichzeitig leitet man Reinstickstoff durch die Apparatur. Nach etwa 2 Stunden wird die Flüssigkeit fraktioniert destilliert. Man erhält eine leicht grünliche Flüssigkeit, die an der Luft extrem stark luminesziert.

Ausbeute: 9,2 g (92% der Theorie) Tetra-kis-(N,N-dimethylamino)-äthylen; Sdp.<sub>11-12 mm</sub> 85 bis 86°C;  $n_D^{25} = 1,4790$ .

Verfahren zur Herstellung von  
Tetra-kis-(dialkylamino)-äthylenen

Anmelder:

Dr. phil. Hellmut Bredereck,  
7000 Stuttgart N, Azenbergstr. 14-18

Als Erfinder benannt:

Dr. phil. Hellmut Bredereck,  
Dr. Franz Effenberger,  
Hans-Joachim Bredereck, 7000 Stuttgart

## 2

## Beispiel 2

Zu einer ätherischen Lösung von 5,1 g (0,1 Mol) Lithium-dimethylamid werden bei  $-10^\circ\text{C}$  unter Reinstickstoff 13,6 g (0,1 Mol) N,N,N',N'-Tetramethylformamidiniumchlorid (I) hinzugefügt. Anschließend erhitzt man das Reaktionsgemisch auf 170 bis 190°C und läßt 5 Stunden am Rückfluß kochen. Nach einer fraktionierten Destillation erhält man 4,2 g (42% der Theorie, bezogen auf I) Tetrakis-(N,N-dimethylamino)-äthylen.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Tetra-kis-(dialkylamino)-äthylenen, dadurch gekennzeichnet, daß man Tris-(dialkylamino)-methan bis zur Zersetzung erhitzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man in situ entstandenes Tris-(dialkylamino)-methan ohne vorherige Isolierung erhitzt.