

Pokusná časť

2,4-dichlór-2-metylbután (I):

22 g dimetyl- β -chlóretylkarbinolu [1] (b.v.₁₄ = 62–63°C) sa smieša s 50 ml bezvodého chloroformu a potom sa pomaly prikvapká 23 g (14,6 ml) PCl_3 . Po pridaní celého množstva PCl_3 sa reakčná smes zahrieva 2 hod. pod spätným chladičom na vodnom kúpeli. Vychladnutý roztok sa oddelí od spodnej vrstvy fosforečných kyselín a podrobí sa vákuovej frakčnej destilácii, pričom sa chytá frakcia, ktorá vrije pri 39–42°C/14 mm Hg. Výťažok reakcie je ca 10 g.

Analýza produktu:

Pre $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{Cl}_2$ je teoreticky Cl = 50,29%, nájdené Cl = 49,97%.

Kondenzácia I s ftalimidom draselným:

Smes 10 g 2,4-dichlór-2-metylbutánu, 26,5 g dokonale suchého ftalimidu draselného a 60 ml bezvodého xylénu sa zahrieva v autokláve 20 hod. pri 200–220°C. Po skončení reakcie sa do reakčnej smesi pridá 75 ml éteru, vzniknutá suspenzia sa pretrepe trikrát s 30 ml 20%-ného vodného KOH, éterová vrstva sa vysuší bezvodým Na_2SO_4 a rozpúšťadlo sa oddestiluje. Destilačný zvyšok po krátkom státi vykryštaluje, kryštály sa odfiltrujú a rozpustia za horúca v absolútnom etanole. Horúci alkoholický roztok sa nechá trochu ochladiť, pričom sa na stenách nádoby usadia asfaltovité látky, od ktorých sa číry roztok oddekantuje. Takto pripravený roztok sa odfarbí prídavkom živočíšneho uhlia, za horúca prefiltruje a po zahustení sa nechá kryštalovať. Výťažok ca 4 g bielej kryštalickej látky.

Získaný produkt je β -izoamylenylftalimid, čo vyplýva z týchto údajov: b. t. = 100–100,5°C:

analýza produktu:

pre $\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}$ je teoreticky	pre $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_4\text{N}_2$ je teoreticky	nájdené
C — 72,52%	C — 69,59%	C — 72,36%
H — 6,09%	H — 5,00%	H — 6,18%
N — 6,51%	N — 6,73%	N — 7,73%

Po hydrolyze s $\text{Ba}(\text{OH})_2$ získaný β -izoamylenylamínhydrochlorid bol v literatúre opísaným spôsobom [1] prevedený na pikrát s b. t. = 140°C.

Súhrn

Reakciou 2,4-dichlór-2-metylbutánu s ftalimidom draselným nevzniká očakávaný 2-metyl-2,4-diftalimid, ale len β -izoamylenylftalimid.

К СИНТЕЗУ 2, 4-ДИАМИНО-2-МЕТИЛБУТАНА

И. ЕЖО, А. ГЕМЕРИ

Институт фармации и биохимии, Братислава

Выводы

Реакцией 2, 4-дихлор-2-метилбутана с фталимидом калия не получается ожидаемый 2-метил-2, 4-дифталимид, а только В-изоамиленил-фталимид.

Получено в редакции 29-го сентября 1952 г.

BEITRAG ZUR SYNTHESSE VON 2,4-DIAMINO-2-METHYLBUTAN

I. Ježo, A. Gömöry

Forschungsinstitut für Pharmazie und Biochemie in Bratislava

Zusammenfassung

Durch Reaktion von 2,4-Dichlor-2-methylbutan mit Kaliumphthalimid entsteht statt des erwarteten 2-Methyl-2,4-diphthalimid nur β -Isoamylenylphthalimid.

In die Redaktion eingelangt den 29. IX. 1952

LITERATÚRA

1. Späth, Spitzzy, B. 58, 2276 (1925).

Došlo do redakcie 29. IX. 1952