



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

260153
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 103/28

(22) Prihlášené 27 12 84
(21) (PV 10353-84)

(40) Zverejnené 16 05 88

(45) Vydané 15 04 89

(75)

Autor vynálezu

VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamidú

1

Príprava 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamidú, perspektívnej komponenty pre prípravu herbicídneho prípravku Bentazonu. Podstata spôsobu spočíva v tom, že antranilová kyselina reaguje s izopropylamínom a chloridom fosforitým v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky ako benzén, toluén, xy-lén v rozmedzí teplôt 5 °C až 180 °C.

2

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid.

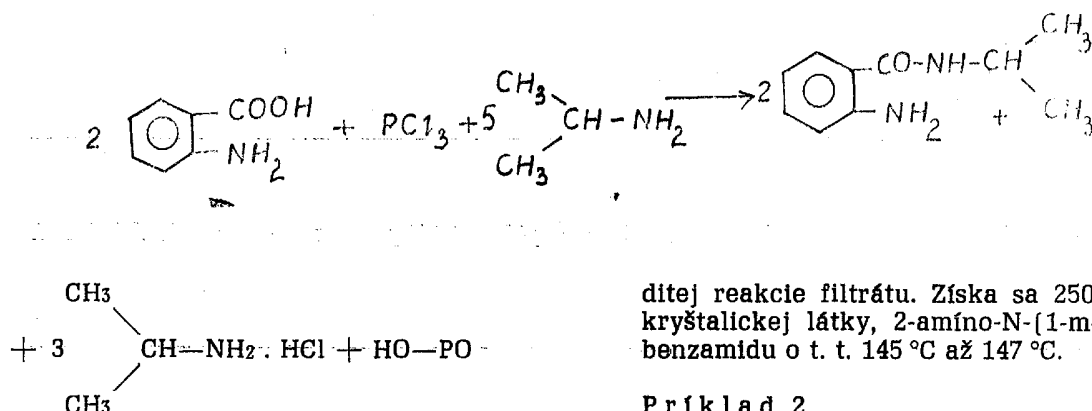
2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid je potenciálne využiteľným prekurzorom pre prípravu herbicídneho prípravku Bentazonu. [Zeidler A., Fischer A., Weiss G.: NSR pat. 1 542 836 [1966]; OXON, Italia, Eur. pat. 70 467 [1981]; Merkle H., NSR pat. 2 710 382 [1978]]. Jedná sa o výrobok špičkovej svetovej kvality, ktorý má široké uplatnenie v poľnohospodárskej praxi.

Príprava 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid je predmetom niekoľkých prác z lite-

ratúry [Staigner R. et al.: J. Org. Chem. **18**, 1 427, 1953; Jacobs R.: J. Heterocyclic Chem. **7**, 1 337, 1970] ako aj niekoľkých patentov [Eur. pat. 57 424, 1982; NSR pat. 27 19 020].

Podstata spôsobu prípravy 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid podľa vynálezu spočíva v tom, že antranilová kyselina reaguje s izopropylamínom a PCl_3 (chlorid fosforitý) v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky ako benzén, toluén, xylén v rozmedzí teplôt 5°C až 180°C .

Reakcia prebieha podľa schémy:



ditej reakcie filtrátu. Získa sa 250 g bielej kryštalickej látky, 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid o t. t. 145°C až 147°C .

Príklad 2

Ako v príklade 1, ale bez odfiltrovania izopropylamínhydrochloridu sa pridáva naraz 274 g kryštalickej antranilovej kyseliny a roztok sa zahrieva k varu 5 h. a po ochladení na 90°C sa vypustí do 2 000 ml vody. Po dôkladnom premišaní vodná vrstva sa oddelí a organická sa zmieša s 500 ml vody a 50 g NaOH pri 40°C . Po oddelení vodnej vrstvy sa ochladí na 5°C . Získa sa 280 g 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid o t. t. 145°C až 146°C .

Príklad 3

Ako v príklade 1 v xyléne sa získa po 2 h. varu 270 g 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid.

Príklad 4

Ako v príklade 1 v benzéne sa získa po 4 hodinách varu 200 g 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid.

Príklad 5

Ako v príklade 1 sa pridá 137 g antranilovej kyseliny a po 2 h. varu sa získa 170 g (95 % na antranilovú kyselinu) amidu o t. t. 145°C až 146°C .

Výhoda spôsobu prípravy 2-amíno-N-(1-metyletyl)benzamid podľa vynálezu spočíva v tom, že syntéza je jednostupňová, vychádza látka je antranilová kyselina, ktorá je ľahko dostupná a získaný produkt je vo vysokom výťažku (70 až 95 %) a vysokej čistote (98 až 99,8 %). Vznikajúci izopropylamín hydrochlorid sa dá recyklovať a bázou uvoľniť znovu izopropylamín alebo ho používať pre syntézu napr. izopropylsulfámovej kyseliny resp. jeho chloridu.

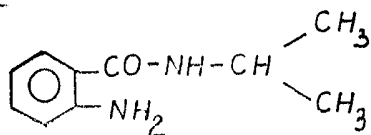
Predmet vynálezu ilustrujú, ale neobmedzujú nasledujúce príklady.

Príklad 1

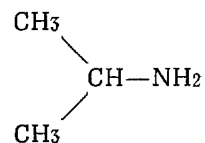
295 g (5 mólov) izopropylamínu sa pridáva pri teplote 5°C až 10°C k intenzívne miešanému roztoku 137,5 g (1 mól) PCl_3 v 3 000 mililitroch toluenu v priebehu 30 min. Po pridaní celého množstva reakčná zmes sa ohreje na 10 min. k 130°C a po ochladení vylúčený izopropylamínhydrochlorid sa rýchlo odfiltruje za neprístupu vzdušnej vlhkosti (najlepšie pod ochrannou dusíkovou alebo argonovou atmosférou). Získaný roztok sa zmieša s 274 g antranilovej kyseliny a zahreje k 130°C až 150°C za intenzívneho miešania 2 h. Vylúčená metafosforová kyselina sa postupne oddelí zo spodku reaktoru. Po ochladení na 5°C sa získa 340 gramov kryštalickej látky, ktorá sa na filtru premyje s 1 N roztokom NaCO_3 do zása-

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob prípravy 2-amíno-N-(1-metyle-
tyl)benzamidú vzorca



reaguje s izopropylamínom vzorca



a chloridom fosforitým vzorca PCl_3 v prostredí organických rozpúšťadiel ako sú aromatické kvapalné uhľovodíky ako benzén, toluén, xylén v rozmedzí teplôt 5°C až 180°C stupňov Celzia.

vyznačujúci sa tým, že antranilová kyselina
vzorca

