

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLového
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2008-638**
(22) Přihlášeno: **20.10.2008**
(40) Zveřejněno: **28.04.2010**
(Věstník č. 17/2010)
(47) Uděleno: **23.03.2011**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **04.05.2011**
(Věstník č. 18/2011)

(11) Číslo dokumentu:

302 400

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C07F 9/22

(2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

DE 10 2005 053 54 A1; EP 0 119 494 A1; US 2008/0070871 A1.

(73) Majitel patentu:

AGRA GROUP, a.s., Střelské Hoštice, CZ

(72) Původce:

Kysilka Vladimír RNDr. CSc., Brno, CZ

Kopenec Jiří Mgr., Praha, CZ

Křepelka Jiří Ing. CSc., Kralupy nad Vltavou, CZ

(74) Zástupce:

Inventia s.r.o., RNDr. Kateřina Hartvichová, Na Bělidle
3, Praha 5, 15000

(54) Název vynálezu:

**Způsob přípravy N-(hydrokarbyl)triamidů
kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné**

(57) Anotace:

Způsob přípravy N-(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné
nebo thiofosforečné s výrazně zlepšenými výtěžky a čistotou.
Dva ekvivalenty hydrokarbylaminu se podrobí reakci s
fosforylchloridem nebo thiofosforylchloridem a pak s
amoníakem v aromatickém rozpouštědle.

CZ 302400 B6

Způsob přípravy N-(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu přípravy N-(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné s výrazně zlepšeným výtěžkem a čistotou. Tyto sloučeniny mají zajímavé biologické účinky.

10

Dosavadní stav techniky

N-(hydrokarbyl)triamidy kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné, jejich příprava a jejich zajímavé biologické účinky byly poprvé popsány v dokumentu US 4 530 714. Bylo navrženo jejich použití pro různé průmyslové aplikace, např. pro zlepšení využití dusíku v hnojivech obsahujících močovinu. V současné době existuje silná potřeba finančně úsporného a ekologicky vhodného způsobu přípravy N-(hydrokarbyl)triamidu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné. Pojmem hydrokarbyl je zde míněna alkyl- nebo arylskupina.

N-(hydrokarbyl)triamidy kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné jsou obecně připravovány dvoustupňovým procesem. Meziprodukt N-(alkyl- nebo aryl)amid-dichlorid kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné se připravuje v prvním kroku z chloridu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné a odpovídajícího hydrokarbylaminu. N-(hydrokarbyl)triamid kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné se pak připraví ve druhém kroku reakcí N-(alkyl- nebo aryl)amid-dichloridu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné s amoniakem. Typickým zástupcem této skupiny sloučenin je N-(n-butyl)triamid kyseliny thiofosforečné (dále označován NBPT), jehož příprava je předmětem předloženého vynálezu.

US 4 530 714 popisuje přípravu N-(n-butyl)amid-dichloridu kyseliny thiofosforečné (dále označován NBTDC) reakcí $n\text{-BuNH}_2\text{Cl}$ s 5 ekvivalenty thiofosforylchloridu po dobu 72 hodin při 135 °C. NBTDC se pak z výsledné směsi oddělí vakuovou destilací, 105 až 112 °C, 100 Pa (0,75 Torr). Výtěžek NBTDC není uveden. Tento proces zjevně není vhodný pro průmyslové využití, takže bylo navrženo několik zlepšení tohoto kroku. US 5 770 771 popisuje kontinuální proces přípravy NBTDC reakcí thiofosforylchloridu, n-butylaminu a triethylaminu ve zhruba ekvimolárních poměrech, s výhodou v tetrahydrofuranu jako rozpouštědle. Výsledná reakční směs je komplexní homogenní fáze. WO 2007/054392 A1 popisuje přípravu NBTDC reakcí thiofosforyl chloridu, n-butylaminu a těkavého terciárního aminu, s výhodou tributylaminu, ve zhruba ekvimolárních poměrech, s výhodou v ethylacetátu jako rozpouštědle. Výsledná reakční směs je komplexní homogenní fáze. Výše uvedené postupy mají závažné nevýhody. Předpokládá se, že použitý inertní trialkylamin výhradně váže HCl vznikající v prvním kroku reakce. HCl však může také reagovat s volným $n\text{-BuNH}_2$ přítomným v roztoku za tvorby inertního $n\text{-BuNH}_2\text{Cl}$, což vede ke snížení konverze fosforylchloridu a k delšímu reakčnímu času v tomto kroku. Meziprodukt a všechny vedlejší produkty jsou ve formě komplexní homogenní fáze, která obsahuje NBTDC, výchozí thiofosforylchlorid, chlorid triethylamonný nebo tributylamonný a jejich volné báze, tetrahydrofuran nebo ethylacetát a vedlejší fosfo-produkty. Je-li požadována vyšší čistota NBTDC, je potřeba provést vakuovou destilaci NBTDC.

Konečný produkt NBPT se připravuje reakcí NBTDC a amoniaku ve druhém kroku. US 5 770 771 popisuje kontinuální proces přípravy NBPT reakcí NBTDC ve formě komplexní homogenní fáze získané v prvním kroku s velkým nadbytkem amoniaku při asi 0 °C ve druhém kroku. US 5 883 297 popisuje podobný postup přípravy NBPT vycházející přímo z meziproduktu NBTDC. WO 2007/054392 popisuje způsob přípravy NBPT reakcí NBTDC ve formě komplexní homogenní fáze získané v prvním kroku s mírným nadbytkem amoniaku (5 až 6tinásobný nadbytek) při 0 °C ve druhém kroku. Výše uvedené způsoby přípravy NBPT mají několik nevýhod. NBPT připravený způsoby popsány ve stavu techniky se získává ve formě velmi složité hete-

rogeční a páchnoucí směsi, která kromě NBPT obsahuje velké množství chloridu amonného a amoniaku, chlorid trialkylamonný a jeho volnou bázi, nesubstituovaný triamid kyseliny thiofosforečné, tetrahydrofuran nebo ethylacetát a vedlejší fosfo–produkty. Oddělení NBPT od chloridu amonného a odstranění všech vedlejších páchnoucích produktů a rozpouštědel z této komplexní směsi je velmi složitý technologický a environmentální problém.

US 5 872 293 popisuje použití nejméně 16násobného molárního přebytku amoniaku ve druhém kroku přípravy NBPT, což umožňuje odstranění hlavního podílu chloridu amonného z reakční směsi ve formě oddělitelné amonné kapalné fáze. Navržená recyklace této fáze by však neměla být mnohokrát opakována kvůli akumulaci nečistot, takže další zpracování této amonné fáze stále zůstává velkým ekologickým problémem. Surový NBPT je oddělen od zbytku kapalné fáze vakuovou destilací, ale produkt není za těchto podmínek stálý. Pro potlačení degradace produktu je v US 5 955 630 chráněno vakuové odpařování použitím stírané filmové odparky. Další zpracování nebo způsob nakládání s páchnoucí oddestilovanou fází nejsou v tomto dokumentu popsány. Výtěžky a čistota NBPT jsou nízké a je potřebné další přečištění NBPT. WO 2007/054392 popisuje zlepšený způsob oddělení chloridu amonného a následně i NBPT z komplexní heterogenní fáze přidáním vody. Vodná fáze s chloridem amonným se oddělí od organické fáze. Z organické fáze se pak vakuovou destilací oddělí ethylacetát, takže se vytvoří těkavá tributylaminová fáze a fáze obsahující produkt, načež se fáze obsahující produkt oddělí. K fázi obsahující produkt se přidá horká voda a NBPT se vysráží při chlazení směsi. Zlepšený výtěžek NBPT byl 66 % při čistotě 76 %. Taková kvalita NBPT však není pro použití v zemědělství dostačující, pro tyto účely je požadována čistota NBPT alespoň 85 %, jak je uvedeno v dokumentu „N–(n–butyl)thiophosphoric triamide“, National Industrial Chemicals Notification and Assessment Scheme (Full Public Report), Worksafe Australia, File No.:NA/476, January 1997.

Obdobným způsobem jako NBPT mohou být připraveny i další N–(hydrokarbyl)triamidy kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné.

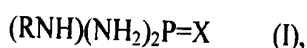
Příprava N–(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné způsoby známými ze stavu techniky má mnoho nevýhod. Oddělení chloridu amonného od produktu je neefektivní. Ekonomickým a ekologickým problémem jsou velká množství páchnoucích kapalných odpadů. Pro izolaci produktu, vedlejších produktů, rozpouštědla a trialkylaminu z komplexní heterogenní fáze je potřeba provádět vakuovou destilaci. Popsané způsoby přípravy N–(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné jsou technologicky a ekologicky náročné a vedou k nízkým výtěžkům a nízkým čistotám produktu. Pro získání produktu v kvalitě požadované pro průmyslové využití je potřeba provést opakované přečištění.

Z výše uvedeného stavu techniky vyplývá, že je potřeba vyvinout efektivní a ekologicky přijatelný způsob přípravy N–(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné.

Technickým problémem řešeným předloženým vynálezem je tedy vytvoření způsobu přípravy N–(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné s významně zlepšenými výtěžky a čistotou jednodušším a ekologicky přijatelnějším procesem.

Podstata vynálezu

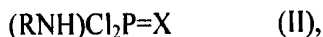
Předkládaný vynález řeší uvedený technický problém způsobem přípravy N–(hydrokarbyl)triamidů kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné obecného vzorce I



v němž R je hydrokarbylová skupina a X je O nebo S, zahrnujícím následující kroky:

a) reakce jednoho ekvivalentu $\text{Cl}_3\text{P}=\text{X}$, kde X je O nebo S, se dvěma ekvivalenty hydrokarbylaminu v aromatickém rozpouštědle, s výhodou v toluenu, za vzniku roztoku sloučeniny obecného vzorce II

5



v němž R a X mají významy uvedené výše, a pevné fáze obsahující chlorid hydrokarbylamonný,

10

b) odstranění pevné fáze a získání roztoku,

c) přidání nejméně čtyř ekvivalentů amoniaku k roztoku získanému v kroku b) za vzniku suspenze pevného N-(hydrokarbyl)triamidu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné obecného vzorce I a pevného chloridu amonného v aromatickém rozpouštědle,

15

d) zahřátí suspenze získané v kroku c) na teplotu v rozmezí 50 až 80 °C za vytvoření roztoku N-(hydrokarbyl)triamidu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné obecného vzorce I a pevné fáze obsahující chlorid amonný,

20

e) odstranění pevné fáze při teplotě v rozmezí 50 až 80 °C za získání roztoku,

f) ochlazení roztoku získaného v kroku e) na teplotu v rozmezí 0 až 25 °C za získání pevného N-(hydrokarbyl)triamidu kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné obecného vzorce I.

25

Hydrokarbylová skupina obsahuje obvykle do 20 atomů uhlíku. S výhodou je vybrána ze skupiny zahrnující C_1 až C_{18} alkyl, C_6 až C_{10} cykloalkyl a C_6 až C_{12} aryl. Hydrokarbylová skupina může případně být substituována skupinami jako je halogen, C_1 až C_6 alkoxy, C_1 až C_6 alkylthio, nitro, kyano, dialkylamino. Hydrokarbylová skupina může být také substituována chráněnými hydroxy nebo merkaptó skupinami, přičemž chránicí skupinou může být jakákoliv běžně užívaná chránicí skupina, jako je trimethylsilyl nebo tetrahydropyranyl.

30

Krok a) podle předloženého vynálezu probíhá velmi rychle a selektivně. Jeden ekvivalent hydrokarbylaminu vytvoří monoamid fosforylchloridu nebo thiofosforylchloridu ve vysoké čistotě a výtěžku, přičemž tento meziprodukt je rozpustný v aromatické fázi. Druhý ekvivalent hydrokarbylaminu vytvoří příslušný chlorid hydrokarbylamonný, který je v aromatické fázi nerozpustný a tedy může být snadno oddělen filtrací. Příslušné volné aminy mohou být získány z odděleného chloridu hydrokarbylamonného reakcí s hydroxidem alkalického kovu, a potom znovu použity v kroku a). Reakce je exotermní a je potřeba reakční směs mírně chladit. Reakce může být prováděna v širokém rozmezí teplot od 0 °C do 50 °C bez jakéhokoli vlivu na výtěžek a čistotu monoamidového meziproduktu.

40

Krok b) probíhá bezproblémově, protože pevná fáze je dostatečně hrubá pro snadné odfiltrování. Filtrační koláč amonné soli může být promyt aromatickým rozpouštědlem.

45

Krok c) probíhá rychle a selektivně. Pro dosažení konverze monoamidu fosforylchloridu nebo thiofosforylchloridu na příslušný triamid a pro současné odstranění vytvořeného chlorovodíku ve formě chloridu amonného je potřeba použít alespoň čtyři ekvivalenty amoniaku. Reakční rychlost je silně závislá na rychlosti přidávání amoniaku a na jeho koncentraci. Nevýhoda nízké rozpustnosti amoniaku může být překonána buď kontinuálním přidáváním plynného amoniaku nebo opakovaným přidáváním malých podílů kapalného amoniaku k reakční směsi při nízké teplotě, s výhodou okolo 0 °C. Výhodné je v kroku c) použití tlakové nádoby, protože přetlak amoniaku cca $2 \cdot 10^5$ Pa (2 bary) má příznivý vliv na reakční rychlost kroku c) zamezením úniku amoniaku z reakční směsi. Reakce je ukončena, když skončí spotřeba amoniaku. Výhodné pro tento krok je teplotní rozmezí 0 až 25 °C. Výsledná směs obsahuje pevný produkt obecného vzorce I, pevný chlorid amonný a toluenovou fázi s rozpuštěnými malými množstvími vzniklých vedlejších fosfo-produktů.

55

Krok d) spočívá v zahřátí výsledné reakční směsi z kroku c) na zhruba 50 až 80 °C. Za těchto podmínek se produkt rozpustí, zatímco chlorid amonný zůstane pevný. Zjistili jsme, že produkt zůstává v průběhu tohoto kroku dostatečně stabilní.

Krok e) probíhá bezproblémově, protože pevná fáze chloridu amonného se snadno odfiltruje. Filtrační koláč se může promýt horkým aromatickým rozpouštědlem.

Krok f) spočívá v ochlazení horkého filtrátu na teplotu v rozmezí 0 až 25 °C. Výhodná je laboratorní teplota. N-(hydrokarbyl)triamid kyseliny fosforečné nebo thiofosforečné se vysráží, zatímco vedlejší fosfo–produkty zůstanou rozpuštěné v aromatické fázi. Čistý pevný produkt je izolován filtrací, promyt studeným aromatickým rozpouštědlem a usušen. Výtěžky surového produktu jsou zhruba 80 % při čistotě zhruba 95 %. Hlavní nečistotou je chlorid amonný. Opakovanou rekrystalizací surového produktu z aromatického rozpouštědla lze získat produkt o čistotě 98 až 99 % ve výtěžku 80 až 85 %, počítáno na surový produkt.

Způsob podle předloženého vynálezu může být prováděn jako vsádkový proces nebo jako kontinuální proces.

Vynález je dále podrobněji osvětlen v připojených příkladech. Tyto příklady slouží pouze pro objasnění vynálezu a neomezují rozsah vynálezu, který je definován v nárocích a v popisu.

Příklady

Použité analytické metody:

Vysokoučinná kapalinová chromatografie (HPLC): HPLC na reverzní fázi, kolona C18, mobilní fáze: methanol–voda s gradientem methanolu od 60 % hm. do 100 % hm., detekce UV(210 nm) a ELSD.

Nukleární magnetické rezonance (NMR): ^{31}P -NMR, rezonanční frekvence 200 MHz, cca 5 mg vzorku bylo rozpuštěno v 0,5 ml CDCl_3 , vodná 85% kyselina fosforečná v zatavené kapiláře byla použita jako externí standard, spektra byla měřena s ^1H dekaplingem.

Příklad 1

Proces podle tohoto příkladu byl prováděn v digestoři. Reakce byla prováděna v 100 ml skleněné baňce opatřené přikapávačkou, chladičem s kapalnou zátkou s toluenem, magnetickým míchadlem a vodní lázní.

Roztok 5,0 ml bezvodého n-butylaminu, 99% (3,7 g, 50 mmol) v 25 ml bezvodého toluenu (pro sušení toluenu byla používána molekulová síta typu 4A) byl přidáván k roztoku 2,6 ml PSCl_3 , 98% (4,34 g, 25 mmol) v 5 ml bezvodého toluenu v průběhu 1 hodiny při chlazení na laboratorní teplotu (RT). Pevná fáze obsahující chlorid n-butylamonný byla z vzniklé suspenze odstraněna filtrací, pečlivě odsáta a promyta 10 ml bezvodého toluenu. Spojené toluenové filtráty byly ochlazeny na 0 °C (lázní voda–led) a pak byl přidán amoniak v deseti podílech po cca 2 ml, vždy každých 20 minut jeden podíl. Vzniklá suspenze byla míchána bez chlazení další 1 hodinu, pak ohřata na 65 °C a při této teplotě zfiltrována. Horký roztok byl ochlazen na RT, míchán 1 hodinu a vyloučený N-(n-butyl)triamid kyseliny thiofosforečné (NBPT) byl oddělen filtrací. Surový NBPT byl pečlivě odsát a promyt 10 ml toluenu. Výtěžek surového NBPT byl 3,35 g (80 %) o čistotě 96 %. Opakovaná rekrystalizace surového NBPT z toluenu (1 g/6 ml, 70 °C/20 °C) poskytla výtěžek NBPT 2,85 g (85,1 %) o čistotě >99 % (^{31}P -NMR, chemický posun ^{31}P pro NBPT je 59,88 ppm – po ^1H -dekaplingu singlet).

Příklad 2

Postup podle tohoto příkladu byl prováděn v digestoři. Pro první krok reakce byla použita 100 ml skleněná baňka opatřená přikapávačkou, chladičem s kapalnou zátkou s toluenem, magnetickým
 5 míchadlem a vodní lázní. Pro druhý krok reakce byl použit 250 ml nerezový autokláv opatřený manometrem, otvorem pro teploměr, dávkovacím ventilem, odpouštěcím ventilem, magnetickým míchadlem a vodní lázní.

Roztok 5,0 ml bezvodého n-butilaminu, 99% (3,7 g, 50 mmol) v 25 ml bezvodého toluenu byl
 10 přidán k roztoku 2,6 ml PSCl_3 , 98% (4,34 g, 25 mmol) v 5 ml bezvodého toluenu v průběhu 1 hodiny při chlazení na laboratorní teplotu (RT). Pevná fáze byla z vzniklé suspenze odstraněna filtrací. Filtrační koláč byl pečlivě odsát a promyt 10 ml bezvodého toluenu. Spojené toluenové filtráty byly předloženy do autoklávu, který byl pak uzavřen. Dávkovací ventil byl připojen ke zdroji amoniaku. Amoniak byl do intenzivně míchané toluenové fáze v autoklávu přidáván za
 15 laboratorní teploty tak, aby byl udržován přetlak amoniaku $2 \cdot 10^5$ Pa (2 bary). Reakce byla ukončena poté, co nebyl po dobu 30 minut pozorovatelný žádný pokles přetlaku amoniaku. Směs obsahující produkt pak byla zahřáta na 65 °C. Při této teplotě se dokončila konverze a NBPT se rozpustil. Přetlak byl pomalu uvolněn a autokláv byl otevřen (je nutno provádět v digestoři). Horká suspenze byla přefiltrována při teplotě 65 °C. Autokláv a pak i filtrační koláč chloridu amon-
 20 něho byly promyty 20 ml horkého bezvodého toluenu. Spojené horké filtráty byly ochlazeny na RT a míchány 1 hodinu. Surový NBPT byl pečlivě odsát a promyt 10 ml bezvodého toluenu. Výtěžek surového NBPT byl 3,5 g (83,7 %) o čistotě 96 %. Opakovaná rekrystalizace surového NBPT z toluenu (1 g/6 ml, 70 °C/20 °C) poskytla výtěžek NBPT 2,97 g (84,9 %) při čistotě >99 % (^{31}P -NMR).

Příklad 3

Byl opakován postup podle příkladu 2, s použitím 4,65 ml bezvodého anilinu, 98% (50 mmol)
 30 namísto 5,0 ml bezvodého n-butilaminu, 99% (50 mmol). Výtěžek surového mono-N-fenyl-triamidu kyseliny thiofosforečné (dále zkracováno NPPT) byl 3,51 g (75 %) s čistotou 95 %. Opakovaná rekrystalizace surového NPPT z toluenu (1 g/6 ml, 70 °C/20 °C) poskytla výtěžek NPPT 2,74 g (78 %) s čistotou >98 % (HPLC).

Příklad 4

Byl opakován postup podle příkladu 2, s použitím 2,37 ml POCl_3 , 98% (25 mmol) namísto 2,6 ml
 40 PSCl_3 , 98% (25 mmol). Výtěžek surového N-(n-butyl)triamidu kyseliny fosforečné (dále zkracováno BPT) byl 3,14 g (83,1 %) o čistotě 97 %. Opakovaná rekrystalizace surového BPT z toluenu (1 g/6 ml, 70 °C/20 °C) poskytla výtěžek BPT 2,67 g (85,0 %) o čistotě >99 % (HPLC).

Příklad 5

Pevný filtrační koláč chloridu n-butylamonného z příkladu 1 byl vysušen. Výtěžek byl 2,7 g
 45 (24,6 mmol). Chlorid n-butylamonný byl suspendován v 26 ml toluenu a k této suspenzi bylo za míchání přidáno 35 mmol KOH ve formě 30% vodného roztoku. Vzniklá směs byla míchána 30 minut při laboratorní teplotě a pak přefiltrována, čímž se odstranil pevný podíl KCl. Tolueno-
 50 vá fáze s n-butylaminem byla oddělena od vodné fáze a sušena nad asi 1 g pevného KOH. Byla získána bezvodá toluenová fáze obsahující asi 24 mmol (vypočtený přibližný výtěžek předchozího kroku) n-butylaminu. K této toluenové fázi bylo přidáno 2,6 ml čerstvého n-butylaminu, 99% (26 mmol), tak byl získán konečný roztok obsahující 50 mmol (vypočtený výtěžek) n-butylaminu v 25 ml toluenu. Tento roztok n-butylaminu v toluenu byl použit pro přípravu NBPT
 55 postupem podle příkladu 1. Výtěžek surového NBPT byl 3,3 g (78,9 %) o čistotě 95 %. Opakova-

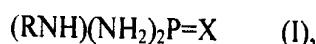
ná rekrytalizace surového NBPT z toluenu (1 g/6 ml, 70 °C/20 °C) poskytla NBPT ve výtěžku 2,77 g (84,0 %) s čistotou >99% (HPLC).

5

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy sloučeniny obecného vzorce I

10



v němž

15 R je hydrokarbylová skupina obsahující do 20 atomů uhlíku, s výhodou vybraná ze skupiny zahrnující C₁ až C₁₈ alkyl, C₆ až C₁₀ cykloalkyl a C₆ až C₁₂ aryl, přičemž hydrokarbylová skupina může popřípadě být substituovaná substituenty vybranými ze skupiny zahrnující halogen, C₁ až C₆ alkoxy, C₁ až C₆ alkylthio, nitro, kyano, dialkylamino, chráněnými hydroxy nebo merkaptoskupinami, a

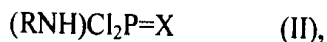
20

X je O nebo S,

v y z n a č e n ý t í m, že zahrnuje kroky:

25 a) reakce jednoho ekvivalentu Cl₃P=X, kde X je O nebo S, se dvěma ekvivalenty hydrokarbylaminu v aromatickém rozpouštědle, s výhodou v toluenu, za vzniku roztoku sloučeniny obecného vzorce II

30



v němž R a X mají významy uvedené výše, a pevné fáze obsahující chlorid hydrokarbylamonný,

b) odstranění pevné fáze a získání roztoku,

35 c) přidání nejméně čtyř ekvivalentů amoniaku k roztoku získanému v kroku b) za vzniku suspenze pevné sloučeniny obecného vzorce I a pevného chloridu amonného v aromatickém rozpouštědle,

40 d) zahřátí suspenze získané v kroku c) na teplotu v rozmezí 50 až 80 °C za vytvoření roztoku sloučeniny obecného vzorce I a pevné fáze obsahující chlorid amonný,

e) odstranění pevné fáze při teplotě v rozmezí 50 až 80 °C za získání roztoku,

45 f) ochlazení roztoku získaného v kroku e) na teplotu v rozmezí 0 až 25 °C za získání pevného produktu obecného vzorce I.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že jako hydrokarbylamin se použije n-butylamin a R je n-butyl.

50 3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a č e n ý t í m**, že pevná fáze získaná v kroku b) se podrobí reakci s hydroxidem alkalického kovu a takto získaný hydrokarbylamin se znovu použije v kroku a).

Konec dokumentu

55