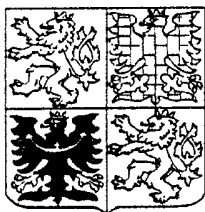


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 16.08.93
(32) 18.08.92
(31) 92/932135
(33) US
(40) 17.08.94

(21) 807-94

(13) A3

5(51)

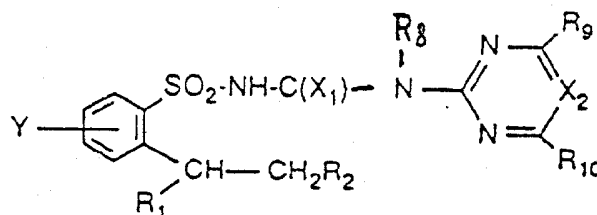
C 07 C 273/18
C 07 C 275/26
C 07 C 335/14
C 07 D 251/22
C 07 D 251/18
C 07 D 251/16

(71) CIBA-GEIGY AG, Basle, CH;

(72) Baumeister Peter, Flüh, CH;
Seifert Gottfried, Magden, CH;
Steiner Heinz, Münchenstein, CH;

(54) Způsob výroby N,N'-substituovaných močovín
a thiomčovín

(57) Způsob výroby N,N'- substituovaných močovín a thiomčovín vzorce V zahrnující kopulaci odpovídající arylsulfo-
diazoniové sloučeniny se substituovaným olefinem,
katalyzovanou homogenním paladinem, a heterogenním
paladinem katalyzovanou hydrogenací olefinového substi-
tuentu, při kterém se po kopulaci homogenní katalyzátor
redukuje v kovové formě v reakční směsi a použije jako
způsob heterogenní paladiový katalyzátor pro hydrogenační
stupeň. Způsob je obzvláště vhodný pro přípravu N-
benzensulfonyl-N'-triazinylmočovinných herbicidů.



JUDr. J. TRAPLOVÁ A PARTNERI
ADVOKÁTNÍ A PATENTOVÁ KANCELARIE
170 00 Praha 7, U Průhonů 56

č.j. 9681
DOŠLO
IV 94
a thionocover
ORAD
PRILAZ, OVENO
VISTINICIV
PR.
mooov

Oblast techniky

Vynález se týká zlepšeného způsobu výroby $\overline{N,N}$ -substituovaných močovin, zejména N-benzensulfonyl-N'-triazinylmočovin, které mohou být použity jako zemědělské chemikálie, zejména jako herbicidně účinné látky.

Dosavadní stav techniky

Z EP-A-120814 je například známa příprava N-fenylsulfonyl-N'-pyrimidinylmočoviny, majících schopnost regulovat růst rostlin, ze solí kyseliny benzensulfonové.

Jsou známy vícestupňové způsoby přípravy, při kterých po aryl-alkenové kopulaci, katalyzované Pd(0), následuje izolace a potom katalytická hydrogenace. Heckova reakce zahrnuje kopulaci alkenů s arylhalogenidem, zatímco Matsuda-ova verze Heckovy reakce je vedena přes reaktivnější adukty, například přes aryldiazoniový iont, jak je to popsáno například v Tetrahedron sv.37, str. 31 až 36 (1981). Několikastupňové způsoby jsou popsány například v EP-A-120814 a M.Somei-em a kol. v Heterocycles, sv. 26, č.7, str.1783 až 1784 (1987).

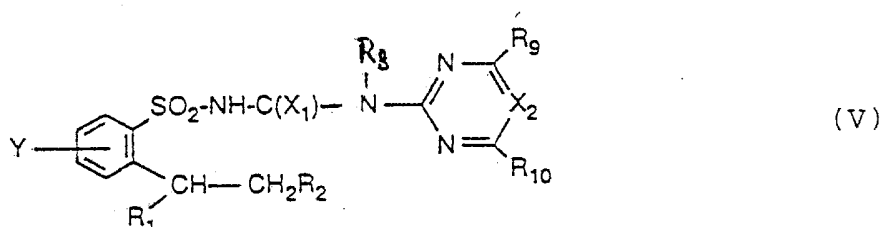
Nicméně způsob přípravy N,N'-substituovaných močovin, při kterém se neprovádí separace paladiového katalyzátoru a při kterém se stejné paladium použije jak v homogenním, tak i heterogenním reakčním stupni, není dosud znám.

Podstata vynálezu

S překvapením bylo nyní zjištěno, že po homogenní aryl-kopulační reakci s olefiny, katalyzované homogenním paladiovým komplexem, může následovat hydrogenační stupeň, při kterém se pro heterogenní hydrogenaci použije paladium z homogenního paladiového komplexu ve formě kovového paladia, načež může být paladium izolováno filtrací a rafinováno známými způsoby za účelem regenerace například výchozího komplexu.

Předmětem vynálezu je tudíž uvedené elegantní dvojí použití paladiového katalyzátoru a nalezení hodpodárnějšího způsobu přípravy výše uvedených sloučenin, při kterém je rozpustný paladiový katalyzátor použit v Matsuda-ově homogenním stupni a následně použit při heterogenním hydrogenačním stupni.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy sloučenin obecného vzorce V



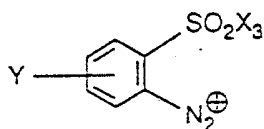
ve kterém

- X_1 znamená atom síry nebo atom kyslíku,
- X_2 znamená atom dusíku nebo skupinu CH,
- Y znamená atom vodíku, atom chloru, atom fluoru nebo atom bromu,
- R_1 znamená atom vodíku, atom fluoru, atom chloru, atom bromu nebo skupinu $-COOR_3$,
- R_2 znamená skupinu $-COO$ -alkyl, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 4 uhlíkové atomy, skupinu $-(CO)R_3$ nebo alkylovou skupinu obsahující 1 nebo 2 uhlíkové atomy, která je nesubstituovaná nebo substituovaná atomy halogenů,
- R_3 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 uhlíkové atomy,
- R_8 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy,
- R_9 znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy,

R₁₀

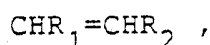
my, halogenalkylovou skupinu, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo halogenalkoxylovou skupinu, jejíž alkoxylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, a znamená atom vodíku, atom halogenu, skupinu NH₂, skupinu NH-alkyl, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, skupinu NH(alkyl)₂, ve které každý alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy, halogenalkylovou skupinu, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo halogenalkoxylovou skupinu, jejíž alkoxylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy,

zahrnující v prvním reakčním stupni reakci 1 molárního ekvivalentu sloučeniny obecného vzorce IIb



(IIb)

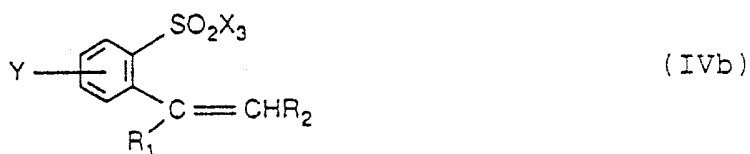
ve kterém X₃ znamená hydroxylovou skupinu, skupinu -OM nebo skupinu -O(M₁)_{1/2}, kde M znamená atom alkalického kovu nebo terciární amoniovou skupinu obsahující 3 až 18 uhlíkových atomů a M₁ znamená atom kovu alkalických zemin, s alespoň jedním molárním ekvivalentem sloučeniny obecného vzorce IIIb



(IIIb)

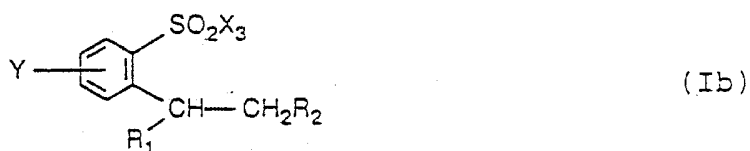
případně v přítomnosti inertního rozpouštědla a v přítomnosti katalytického množství homogenního paladiového katalyzátoru a báze zvolené z množiny zahrnující soli alkalických kovů, soli kovů

alkalických zemin a terciární amoniové soli karboxylových kyselin, za vzniku sloučeniny obecného vzorce IVb

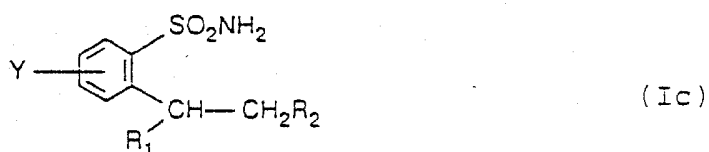


a

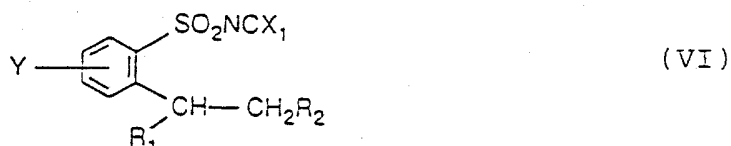
b) ve druhém stupni hydrogenaci sloučeniny obecného vzorce IVb, případně v přítomnosti inertního rozpouštědla a v přítomnosti katalytického množství hydrogenačního katalyzátoru, za vzniku sloučeniny obecného vzorce Ib



c) ve třetím stupni reakci sloučeniny obecného vzorce Ib s alespoň jedním molem halogenačního činidla za vzniku sulfochloridu, který se potom uvede v reakci s NH_3 za vzniku sulfonamidu obecného vzorce Ic



- d) reakci sloučeniny obecného vzorce Ic s COCl_2 nebo CSCl_2 za vzniku sloučeniny obecného vzorce VI



a

- e) reakci sloučeniny obecného vzorce VI se sloučeninou obecného vzorce VII



za vzniku sloučeniny obecného vzorce V, jehož podstata spočívá v tom, že se homogenní paladiový katalyzátor redukuje v reakční směsi stupně a) na nerozpustné kovové paladium, které se následně použije jako heterogenní hydrogenační katalyzátor.

Výhodná varianta tohoto způsobu je charakterizovaná tím, že se heterogenní paladiový hydrogenační katalyzátor pro reakční stupeň b) vytvoří in situ z homogenního paladiového katalyzátoru v získané reakční směsi stupně a) při započetí hydrogenace zaváděním vodíku.

Je obzvláště výhodné přidat před započetením hydrogenace pevný paladiový nosičový materiál pro heterogenní hydrogenační katalyzátor.

X_3 výhodně znamená hydroxylovou skupinu nebo skupinu -OM, ve které M znamená alkalický kov, výhodně draslík nebo sodík.

X_1 výhodně znamená atom kyslíku. X_2 výhodně znamená atom dusíku. R_8 výhodně znamená atom vodíku. R_9 výhodně znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy, zejména methylovou skupinu nebo ethylovou skupinu. R_{10} výhodně znamená alkylovou skupinu, zejména methylovou nebo ethylovou skupinu, nebo alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy, zejména methoxylovou nebo ethoxylovou skupinu.

Uvedený způsob se výhodně používá pro přípravu N-(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-/2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfonyl/močoviny.

Reakční stupně c), d) a e) jsou velmi dobře známé a popsány například v patentovém spisu US-A-4 780 125. Dále jsou popsána výhodná provedení těchto reakčních stupňů.

V reakčním stupni c) je výhodným halogenačním činidlem COCl_2 , který může být použit v přebytku, například ve dvoj- až trojnásobném molárním přebytku. Tato reakce může být katalyzována přidáním N-dialkylamidů karboxylových kyselin, jakým je dimethylformamid, nebo laktamů, jakým je N-methylpyrrolidon. Katalytické množství činí například 0,001 až 10 molárních procent, vztaženo na množství sloučeniny Ib. Reakce může být provedena za normálního tlaku nebo zvýšeného tlaku až do 1 MPa, výhodně až do 0,5 MPa. Reakční teplota se může pohybovat od 20 do 150 °C, výhodně od 60 do 120 °C. Jako rozpouštědla mohou být použita výše uvedená rozpouštědla. Výhodnými rozpouštědly jsou halogenované uhlovodíky, zejména chlorbenzen.

Na sulfochlorid se výhodně působí bez jeho předcházející izolace a tedy přímo v získané reakční směsi vodným NH_3 v koncentraci, která s výhodou činí 20 až 40 %, a při teplotě výhodně ležící v teplotním rozmezí od 20 do 100 °C a výhodněji při teplotě 40 až 80 °C. Po ochlazení reakční směsi dojde k vysrážení sloučeniny obecného vzorce Ic a vysrážená sloučenina obecného vzorce Ic může být odfiltrována.

Reakční stupeň d) se výhodně provádí za použití přebytku fosgenu nebo thiofosgenu, například za použití 2 až 5 molů a výhodně 2 až 3 molů fosgenu nebo thiofosgenu. Reakční teplota se výhodně pohybuje od 50 do 180 °C, přičemž výhodnější reakční teplotou je teplota z teplotního rozmezí 70 až 150 °C. Reakce se výhodně katalyzuje přidáním alifatických nebo cykloalifatických isokyanátů obsahujících 1 až 10 uhlíkových atomů, jakým je například cyklohexylisokyanát. Katalytické množství například činí 0,001 až 10 molárních procent, vztaheno na množství sloučeniny obecného vzorce Ic. Reakce může být provedena za normálního tlaku nebo za zvýšeného tlaku až do 1 MPa, výhodně až do 0,5 MPa. Jako rozpouštědla mohou být použita výše zmíněná rozpouštědla. Výhodnými rozpouštědly jsou halogenované uhlovodíky, zejména chlorbenzen.

Reakční stupeň e) se výhodně provádí v přítomnosti rozpouštědla zvoleného z výše zmíněných rozpouštědel. Výhodnými rozpouštědly jsou halogenované uhlovodíky, jakým je chlorbenzen. Výhodnou reakční teplotou je teplota 20 až 180 °C, zejména teplota 50 až 150 °C. Reakce se obvykle provádí za normálního tlaku nebo za zvýšeného tlaku až do 0,1 MPa. Výhodné jsou ekvivalentní molární poměry sloučenin obecných vzorců VI a VII. Při výhodném provedení se získaný reakční roztok s isokyanátem obecného vzorce VI přidá k roztoku nebo suspenzi sloučeniny obecného vzorce VII. Po ochlazení reakční směsi může být sloučenina obecného vzorce V odfiltrována a přečištěna promytím filtračního koláče minerální kyselinou, jakou je kyselina chlorovodíková, a potom alkanolem, jakým je methanol. Produkt se získá ve vysokém výtěžku (90 % a více) a vysoké čistotě (obsah produktu alespoň 95 % a až více než 99 %). Způsob podle vynálezu je hospodárný, ekologický, technicky spolehlivý a bezpečný i v průmyslovém měřítku.

Způsob podle vynálezu má následující výhody:

- 1) katalytický materiál se použije ve dvou následných a

- a odlišných reakčních stupních; homogenní katalyzátor pro Matsuda-ovu reakci se převádí in situ na heterogenní hydrogenační katalyzátor potřebný pro následující stupeň,
- 2) katalyzátor se po ukončení hydrogenačního stupně izoluje filtrací,
 - 3) katalytický materiál se využívá účinněji,
 - 4) paladiový katalyzátor může být z reakční směsi recyklován při zanedbatelných ztrátách,
 - 5) používají se mírné reakční podmínky,
 - 6) získá se čistší produkt ve vyšším výtěžku,
 - 7) dosáhne se elegantního dvojího využití drahého paladia,
 - 8) proces může být proveden v alkolických rozpouštědlech,
 - 9) není nezbytná izolace meziprojektu,
 - 10) hospodárná výroba herbicidů (sulfónylmočovin) v průmyslovém měřítku.

V následující části popisu bude způsob podle vynálezu blíže objasněn pomocí konkrétních příkladů jeho provedení, které mají pouze ilustrační charakter a nikterak neomezují rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen formulací patentových nároků.

Příklad provedení vynálezu

Příprava N-(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-/2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfonyl/močoviny v poloprovozním měřítku

Následující reakce se provádí ve smaltovaných nádobách o obsahu 630 l.

a) Příprava /2-(3,3,3-trifluor-1-propenyl)/benzensulfonátu sodného

Kyselina anilin-2-sulfonová se diazotuje pentylnitritem (molární poměr 1:1,05) při teplotě 15 až 20 °C v rozpouštědle tvořeném pentanolem obsahujícím až 10 % vody. Přebytek pentylni-

tritu se rozloží kyselinou amidosulfonovou a voda se převede na kyselinu octovou přidáním anhydridu kyseliny octové. Přidá se octan sodný (molární poměr kyseliny anilin-2-sulfonové k octanu sodnému je roven 1:2) a v míchání se pokračuje po dobu 90 minut při teplotě 20 až 30 °C.

V oddělené nádobě z nerezavějící oceli se v pentanolu smísí dibenzylidenaceton (molární poměr diazoniové soli k dibenzylidenacetonu je roven 1:0,04) a octan sodný (molární poměr diazoniové soli k octanu sodnému je roven 1:0,1), načež se při teplotě 60 °C přidá roztok chloridu paladnatého (molární poměr diazoniové soli k chloridu paladnatému je roven 1:0,01). Po ochlazení na teplotu 30 °C se tato směs přidá k suspendované diazoniové soli. V průběhu 5 hodin se zavede 3,3,3-trifluorpropen (molární poměr diazoniové soli k 3,3,3-trifluorpropenu je roven 1:1,01) a v míchání se pokračuje až do okamžiku, kdy již nelze detekovat žádnou diazoniovou sůl. Tato suspenze je potom připravena pro hydrogenaci.

b) Příprava /2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)/benzensulfonátu sodného

K výše uvedené suspenzi se přidá aktivní uhlí (hmotnostní poměr /2-(3,3,3-trifluor-1-propenyl)/benzensulfonátu sodného k aktivnímu uhlí je roven 10:1), načež se tato suspenze hydrogenuje po dobu 6 hodin při teplotě 35 až 40 °C a za tlaku vodíku 0,1 MPa. Suspendovaný podíl se odfiltruje a pentanolvý roztok se promyje směsí vody a hydroxidu sodného za účelem odstranění octanu sodného a vedlejších produktů. Pentanol se částečně oddestiluje, přidá se voda a zbývající pentanol se odstraní azeotropní destilací. Rezultující roztok požadovaného produktu ve vodě se potom použije v následujícím reakčním stupni.

c) Příprava 2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfonamidu

Z výše uvedeného roztoku se oddestiluje voda. Přidá se chlorbenzen a zbývající voda se odstraní azeotropní destilací. Při teplotě 85 až 105 °C se v průběhu 5 hodin zavádí fosgen (molární poměr /2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)/benzensulfonátu sodného k fosgenu je roven 1:2,5) v přítomnosti katalytického množství

dimethylformamidu (molární poměr fosgenu k dimethylformamidu je roven 1:0,1). K roztoku se potom v průběhu jedné hodiny a při teplotě 60 °C přidá přebytek vodného amoniaku (30%, molární poměr 2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfochloridu k NH_3 je roven 1:4) a reakční směs se míchá po dobu dalších dvou hodin. Po ochlazení se vyloučená sraženina odfiltruje a použije v následujícím stupni.

d) Příprava N-(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfonyl/močoviny

Produkt z předcházejícího stupně se suspenduje v horkém chlorbenzenu. Potom se v průběhu 5 hodin a při teplotě 100 až 120 °C zavádí v přítomnosti katalytického množství cyklohexylisokyanátu (molární poměr produktu k cyklohexylisokyanátu je roven 1:0,01) fosgen (molární poměr produktu k fosgenu je roven 1:3). Chlorbenzen se potom odstraňuje destilací až do okamžiku, kdy se dosáhne 25% koncentrace isokyanátu. Tento roztok se potom přidá v průběhu jedné hodiny k suspenzi 2-amino-4-methyl-6-methoxy-triazinu v chlorbenzenu a to při teplotě 90 °C. Suspenze se míchá po dobu dalších 90 minut, načež se ochladí. Produkt se odfiltruje a vysuší za vakua. V poloproduktu se takto získá 170 kg čistého produktu.



ING. JAN KUBÁT
patentový zástupce

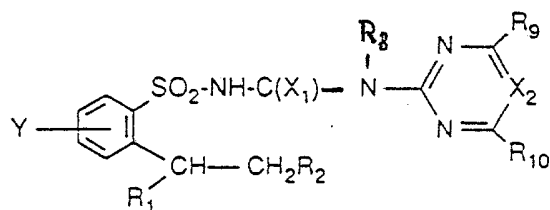
PL 107-14

PRŮ.	06. IV. 94	DOŠLO	1968	1
IPDINS OVCHO				
VLASTNOSTI VF				

P A T E N T O V É

N Á R O K Y

1. Způsob výroby *(a thiomocovin)* N,N'-substituovaných močovín obecného vzorce V



ve kterém

- X_1 znamená atom síry nebo atom kyslíku,
 X_2 znamená atom dusíku nebo skupinu $-CH$,
 Y znamená atom vodíku, atom chloru, atom fluoru nebo atom bromu,
 R_1 znamená atom vodíku, atom fluoru, atom chloru, atom bromu nebo skupinu $-COOR_3$,
 R_2 znamená skupinu $-COO$ -alkyl, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 4 uhlíkové atomy, skupinu $-(CO)R_3$ nebo alkylovou skupinu obsahující 1 nebo 2 uhlíkové atomy, která je ne-substituovaná nebo substituovaná halogenovými atomy,
 R_3 znamená atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 uhlíkové atomy,
 R_8 znamená atom vodíku, alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy,
 R_9 znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové

atomy, halogenalkylovou skupinu, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo halogenalkoxylovou skupinu, jejíž alkoxylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, a

R_{10} znamená atom halogenu, /skupinu NH_2 , skupinu NH-alkyl, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, skupinu $NH(alkyl)_2$, ve které každý alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy, halogenalkylovou skupinu, jejíž alkylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy, alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo halogenalkoxylovou skupinu, jejíž alkoxylový zbytek obsahuje 1 až 3 uhlíkové atomy,

zahrnující

a) v prvním stupni reakci 1 molárního ekvivalentu sloučeniny obecného vzorce IIb

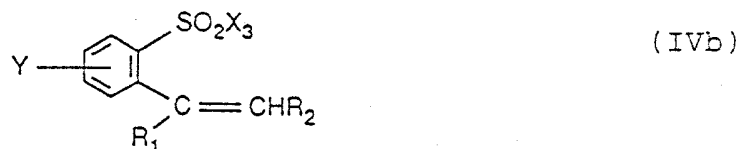


ve kterém X_3 znamená hydroxylovou skupinu, skupinu -OM nebo skupinu $-O(M_1)_{1/2}$, kde M znamená atom alkalického kovu nebo terciární amoniiovou skupinu obsahující 3 až 18 uhlíkových atomů a M_1 znamená atom kovu alkalických zemin, s alespoň jedním molárním ekvivalentem sloučeniny obecného vzorce IIIb



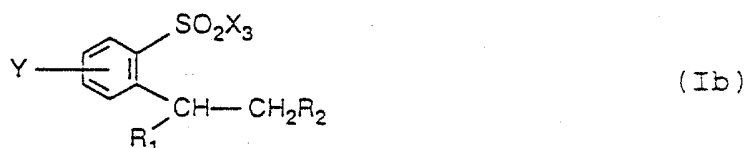
případně v přítomnosti inertního rozpouštědla, a v přítomnosti katalytického množství homogenního paladiového katalyzátoru a báze

zvolené z množiny zahrnující soli alkalických kovů, soli kovů alkalických zemin a terciární amoniové soli karboxylových kyselin, za vzniku sloučeniny obecného vzorce IVb

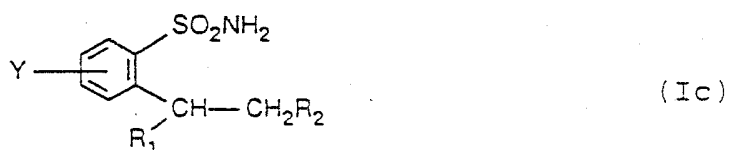


a

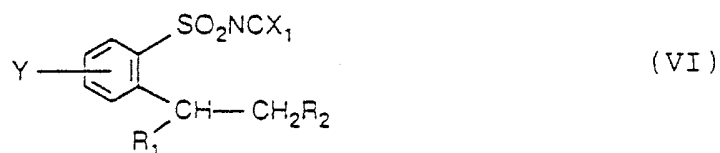
b) ve druhém stupni hydrogenaci sloučeniny obecného vzorce IVb, případně v přítomnosti inertního rozpouštědla, a v přítomnosti katalytického množství hydrogenačního katalyzátoru, za vzniku sloučeniny obecného vzorce Ib



c) ve třetím stupni reakci sloučeniny obecného vzorce Ib s alespoň jedním molem halogenačního činidla za vzniku sulfochloridu, který se potom uvede v reakci s NH_3 za vzniku sulfonamidu obecného vzorce Ic



d) reakci sloučeniny obecného vzorce Ic s COCl_2 nebo CSCl_2 za vzniku sloučeniny obecného vzorce VI



a

e) reakci sloučeniny obecného vzorce VI se sloučeninou obecného vzorce VII



za vzniku sloučeniny obecného vzorce V, v y z n a č e n ý t í m , že se homogenní paladiový katalyzátor redukuje v reakční směsi stupně a) na nerozpustné kovové paladium, které se následně použije jako heterogenní hydrogenační katalyzátor.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se heterogenní paladiový hydrogenační katalyzátor pro reakční stupeň b) vytvoří in situ z homogenního paladiového katalyzátoru v získané reakční směsi stupně a) při započetí hydrogenace zaváděním vodíku.

3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se před započetením hydrogenace přidá paladiový nosičový materiál pro heterogenní hydrogenační katalyzátor.

4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že X_3 znamená hydroxylovou skupinu nebo skupinu -OM, kde M znamená alkalický kov.

5. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že X_3 znamená skupinu -ONa.

6. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že X_1 znamená atom kyslíku.

7. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že X_2 znamená atom dusíku.

8. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že R_8 znamená atom vodíku.

9. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že R_9 znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy.

10. Způsob podle nároku 9, v y z n a č e n ý t í m , že R_9 znamená methylovou nebo ethylovou skupinu.

11. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že R_{10} znamená alkylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy nebo alkoxylovou skupinu obsahující 1 až 3 uhlíkové atomy.

12. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že R_{10} znamená methylovou skupinu, ethylovou skupinu, methoxylovou skupinu nebo ethoxylovou skupinu.

13. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že je použit pro výrobu N-(4-methoxy-6-methyl-1,3,5-triazin-2-yl)-N'-/2-(3,3,3-trifluorprop-1-yl)benzensulfonyl/močoviny.

14. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že halogenačním činidlem ve stupni c) je COCl_2 .

15. Způsob podle nároku 14, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce katalyzuje přidáním dimethylformamidu.

16. Způsob podle nároku 15, v y z n a č e n ý t í m , že se dimethylformamid použije v množství 0,001 až 10 molárních procent, vztaženo na množství sloučeniny obecného vzorce Ib.

17. Způsob podle nároku 14, v y z n a č e n ý t í m , že reakční teplota činí 20 až 150 °C.

18. Způsob podle nároku 14, v y z n a č e n ý t í m , že se jako rozpouštědlo použije chlorbenzén.

19. Způsob podle nároku 14, v y z n a č e n ý t í m , že se na sulfochlorid, který nebyl izolován, působí v reakční směsi vodným NH_3 za vzniku sulfonamidu obecného vzorce Ic.

20. Způsob podle nároku 19, v y z n a č e n ý t í m , že reakční teplota činí 20 až 100 °C.

21. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce ve stupni d) provádí za použití přebytku fosgenu nebo thiofosgenu.

22. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že reakční teplota činí 50 až 180 °C.

23. Způsob podle nároku 21, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce katalyzuje přidáním alifatických nebo cykloalifatických isokyanátů obsahujících 1 až 10 uhlíkových atomů.

24. Způsob podle nároku 23, v y z n a č e n ý t í m , že se jako katalyzátor použije cyklohexylisokyanát.

25. Způsob podle nároku 23, v y z n a č e n ý t í m , že se katalyzátor použije v množství 0,001 až 10 molárních procent, vztaženo na množství sloučeniny obecného vzorce Ic.

26. Způsob podle nároku 21, v y z n a č e n ý t í m , že se jako rozpouštědlo použije chlorbenzen.

27. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce ve stupni e) provádí v přítomnosti rozpouštědla tvořeného chlorbenzenem.

28. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce ve stupni e) provádí při teplotě 20 až 180 °C.

29. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že se reakce ve stupni e) provádí za normálního tlaku nebo za zvýšeného tlaku až o 0,1 MPa.

30. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m , že

že se reakce ve stupni e) provádí přidáním získaného reakčního roztoku s obsahem isokyanátu obecného vzorce VI k roztoku nebo suspenzi sloučeniny obecného vzorce VII.

Zastupuje:


ING. JAN KUBÁT
patentový zástupce