

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLového
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2007-860**
(22) Přihlášeno: **07.12.2007**
(40) Zveřejněno: **17.06.2009**
(**Věstník č. 24/2009**)
(47) Uděleno: **22.02.2012**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **04.04.2012**
(**Věstník č. 14/2012**)

(11) Číslo dokumentu:

303 097

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C07D 233/74 (2006.01)

C07D 239/22 (2006.01)

C06B 25/00 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 6312538.

M. Anniyappan, M.B. Talawar, G.M. Gore, S. Venugopalan, B.R. Gandhe : Synthesis, characterization and thermolysis of 1,1-diamino-2,2-dinitroethylene (FOX-7) and its salts, Journal of Hazardous Materials B137 (2006), str. 812-819; Nikolai V. Latypov, Jan Bergman : Synthesis and Reactions of 1,1-Diamino-2,2-dinitroethylene, Tetrahedron 54 (1998), str. 11525-11536.

(73) Majitel patentu:

Explosia a.s., Pardubice, CZ
Univerzita Pardubice, Pardubice, CZ
FOI - Swedish Defence Research Agency, Tumba, SE

(72) Původce:

Dudek Kamil, Pardubice, CZ
Mareček Pavel, Slatiňany, CZ
Jalový Zdeněk, Skalice nad Svitavou, CZ
Ottis Jan, Jablonec nad Nisou, CZ
Ek Stefan, Stockholm, SE
Latypov Nikolaj, Tumba, SE
Johansson Martin, Svartsjö, SE

(74) Zástupce:

Ing. Dobroslav Musil, patentová kancelář, Ing.
Dobroslav Musil, Cejl 38, Brno, 60200

(54) Název vynálezu:

Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin

(57) Anotace:

Řešení se týká způsobu přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, při kterém se jako výchozí látka použije sůl acetamidinu s karboxylovými kyselinami, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje a vznikající sodná sůl se kvantitativně odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, methanol a 1 ekvivalent karboxylové kyseliny, načež se methanol a karboxylová kyselina oddestilují a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion. Alternativně se jako výchozí látka použije acetamidin ve formě volné báze nebo acetamidin nitrát, acetamidin perchlorát nebo acetamidin chlorát.

CZ 303097 B6

Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, při kterém se výchozí látka zpracovává na 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion.

10

Dosavadní stav techniky

2-Methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion je důležitým meziprojektu přípravky látky s výbušinářskými vlastnostmi 2,2-dinitroethen-1,1-diaminu, nazývané také FOX-7. FOX-7 je v současnosti předmětem intenzivního zájmu pro použití ve směsných výbušninách z důvodu jeho manipulační bezpečnosti, necitlivosti k vnějším podnětům, chemické stability a výhodným výbušinářským vlastnostem (Öestmark H., Langlet A., Bergman H., Wingborg N., Wellmar U., Bemm U.: „FOX-7 – a New Explosive with Low Sensitivity and High Performance“, 11th Deton. Symp., Snowmass Village, 18 až 23, 1998).

2-Methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion je znám z WO 9903818 jako jeden z možných prekurzorů pro přípravu 2,2-dinitroethen-1,1-diaminu (Latypov N. V., Langlet A., Wellmar U., 1999, Försvarets Forskningsanstalt, Stockholm, SE, CAN 130:127117). Jeho přípravu popisuje Latypov a kol. (Latypov N. V., Bergman J., Langlet A., Wellmar U., Bemm U.: Tetrahedron, 54 (38), 11525 až 11536, 1998). Příprava vychází z acetamidin hydrochloridu a diethyloxalátu, reakčním prostředím je methanol za přítomnosti methanolátu sodného jako báze. Reakcí vzniká primárně 2-methylimidazolidin-4,5-dion, který postupně reaguje s methanolem za vzniku 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu. Po ukončení reakce je reakční směs neutralizována plynným chlorovodíkem. Tímto způsobem vzniká chlorid sodný, který se částečně vylučuje z reakční směsi, částečně zůstává rozpuštěný v methanolu (rozpuštěnost NaCl v methanolu je asi 0,9 g na 100 ml rozpouštědla). Po vakuovém odpaření methanolu se získá pevná látka obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion a chlorid sodný. 2-Methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion je od chloridu sodného odstraněn Soxhletovou extrakcí acetonem. Aceton je následně oddestilován a zůstává pevný 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion.

Jako další meziprojektu přípravy FOX-7 je kromě 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu znám z WO 9903818 a v literatuře ((Latypov N. V., Langlet A., Wellmar U., 1999, Försvarets Forskningsanstalt, Stockholm, SE, CAN 130:127117) a (Astrat'ev A. A., Dashko D. V., Mershin A. Y., Stepanov A. I., Urazgil'dev N. A.: *Russ. J. Org. Chem.* 37, 729 až 733, 2001)) hojně uváděn 2-methyl-4,6-dihydroxypyrimidin. Jeho nitrací a hydrolýzou vzniká kromě FOX-7 rovněž dinitromethan, který je toxický, výbušný a chemicky nestabilní. Právě z důvodu vzniku dinitromethanu je tato metoda technologicky obtížná.

Je také známo, že acetamidin hydrochlorid může být převeden na acetamidin sulfát reakcí acetamidin hydrochloridu s methanolátem sodným v ethanolu za vzniku acetamidinu ve formě volné báze a vyloučením chloridu sodného, který se odstraní filtrací. Následnou reakcí acetamidinu v ethanolu s ekvivalentním množstvím kyseliny sírové vzniká acetamidin sulfát. Rovněž lze připravit acetamidin hydrogensulfát reakcí acetamidin hydrochloridu s kyselinou sírovou, přičemž se uvolní chlorovodík a vzniká acetamidin hydrogensulfát. (Jalový Z., Mareček P., Dudek K., Fohl O., Latypov N. V., Ek S., Johansson M., „Improved Synthesis of 2-(dinitromethylene)-imidazolidine-4,5-dione“, 8th New Trends In Research of Energetic Materials, 2005, Pardubice, ČR). Tyto acetamidiny mohou být použity pro kondenzační reakci s diethyloxalátem, přičemž vzniká síran sodný jakožto anorganická látka a ten se odstraní kvantitativně filtrací, jelikož je v methanolu nerozpustný.

Nevýhodou přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z acetamidin hydrochloridu je vznik chloridu sodného, který zůstává částečně rozpuštěn v reakčním prostředí – methanolu (0,9 g chloridu sodného se rozpustí ve 100 ml methanolu), společně se žádaným produktem 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionem. Ten musí být ze směsi izolován pomocí Soxhletovy extrakce acetonem. Soxhletova extrakce je obecně nevýhodná z důvodu jejího technického provedení. Jako extrakční činidlo se používá aceton, který je těkavý, zdraví škodlivý, vysoce hořlavý a jeho páry tvoří se vzduchem výbušné směsi. Po reakci a izolaci Soxhletovou extrakcí vzniká surový 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, který se následně krystalizuje z methanolu. Nevýhodou postupu je rovněž nízký výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu, který je na hranici 64 %, jak se uvádí v publikaci Latypov N. V., Bergman J., Langlet A., Wellmar U., Bemm U.: *Tetrahedron*, 54, (38), 11525 až 11536, 1998).

Nevýhodou známých způsobů přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu vycházejících z acetamidin sulfátů (Jalový Z., Mareček P., Dudek K., Fohl O., Latypov N. V., Ek S., Johansson M., „Improved Synthesis of 2-(dinitromethylene)-imidazolidine-4,5-dione“; 8th New Trends In Research of Energetic Materials, 2005, Pardubice, ČR) je zdoluhavost přípravy acetamidin sulfátu, kde je jako výchozí látky nutné použít acetamidin hydrochlorid. Další nevýhodou známých postupů je to, že se do technologického procesu vnáší další filtrace navíc. Nevýhodou použití acetamidin hydrogensulfátu je jeho vysoká hygroskopicita znemožňující jeho skladování, při jeho přípravě se uvolňuje plynný chlorovodík, který zejména působí korozivně na součásti aparatury, přičemž pro kvantitativní odstranění chlorovodíku jeho je nutné použití vakua.

Cílem vynálezu je odstranit nebo alespoň minimalizovat nevýhody dosavadního stavu techniky.

Podstata vynálezu

Cíle vynálezu je dosaženo způsobem přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, jehož podstata spočívá v tom, že jako výchozí látka se použije sůl acetamidinu s karboxylovými kyselinami, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje kyselinou sírovou a vznikající síran sodný se odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, methanol a 1 ekvivalent kyseliny octové, načež se methanol a kyselina octová oddestilují a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion. S výhodou se jako výchozí látka použije acetamidin acetát nebo acetamidin formiát.

Podle dalšího provedení se jako výchozí látka použije sůl acetamidinu s anorganickými kyselinami, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje a vznikající sodná sůl se odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion a methanol, načež se methanol oddestiluje a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion. S výhodou se jako výchozí látka použije acetamidin nitrát nebo acetamidin chlorát nebo acetamidin perchlorát.

Výhodou řešení podle vynálezu je výrazné zvýšení výtěžnosti procesu, která dosahuje i nad 90 %. Další výhodou řešení podle vynálezu je, že není nutno použít technologicky nevýhodnou Soxhletovu extrakci. Výhodou použití solí karboxylových kyselin je, že je lze připravit z trimethylorthoacetátu, obecně z trialkylorthoacetátu, reakcí za varu s octanem amonným a amoniakem, přičemž se vzniklý acetamidin vylučuje z reakční směsi a vzniklý methanol se oddestiluje. Výhodou použití trimethylorthoacetátu oproti publikovanému triethylorthoacetátu (Taylor, E. C.; Ehrfahrt, A. W.: *J. Am. Chem. Soc.*, 82, 3138 až 3141, 1960) je vyšší výtěžek v případě trimethylorthoacetátu (97 oproti 84 %) a nižší teplota varu, čímž se snižují náklady na energii při zahřívání, jelikož reakce se provádí za varu a náklady na oddestilování methanolu jsou rovněž

nižší díky jeho nižšímu varu, než v případě ethanolu za použití triethylorthoacetátu. Vznik methanolu v případě použití trimethylorthoacetátu je rovněž výhodný z toho důvodu, že methanol je rozpouštědlem vlastní kondenzační reakce acetamidinu s diethyloxalátem a celý postup výroby 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je možné vést bez izolace soli acetamidinu karboxylové kyseliny a v jedné nádobě. Po ukončení přípravy soli acetamidinu karboxylové kyseliny z trimethylorthoacetátu, octanu amonného a amoniaku je v reakční směsi přítomná pouze sůl acetamidinu karboxylové kyseliny a methanol a do reakční směsi se přidá další množství methanolu nutného pro kondenzační reakci. Výsledným produktem je čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion bez nutnosti krystalizace. Pokud není žádoucí použití plynného amoniaku, například z důvodu nutnosti jeho následné absorpce vodou, je možné použít dva ekvivalenty amonné soli karboxylové kyseliny oproti trimethylorthoacetátu. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je v tomto případě nad 80 %.

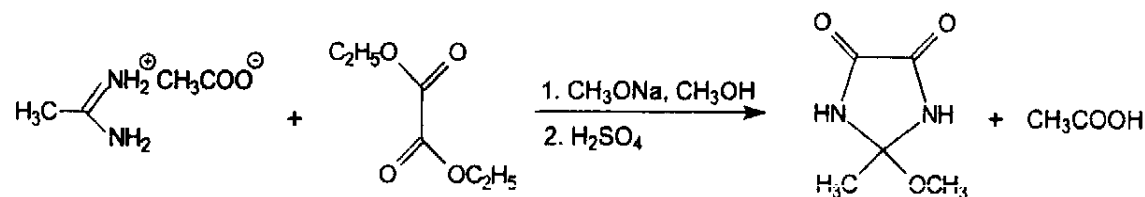
Při použití anorganické soli acetamidinu (např. hydrochloridu, sulfátu a hydrogensulfátu) jako výchozí látky se reakcí s ethanolátem sodným v ethanolu kvantitativně vysráží sodná sůl nerozpustná v ethanolu, která se odfiltruje. Acetamidin ve formě volné báze zůstane ve filtrátu. Ethanol se oddestiluje za vakua, přidá se methanol a methanolát sodný a pokračuje se v kondenzaci s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem za vzniku 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu ve výtěžku nad 70 %.

Další výhodou řešení podle vynálezu je to, že celý proces přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je jednoduše proveditelný, ekonomický i ekologický, neboť umožňuje izolaci čistých produktů, anorganických solí a recyklaci použitých rozpouštědel.

Příklady provedení vynálezu

Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu bude popsán několika příklady provedení.

Příklad č. 1 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z acetamidin acetátu a diethyloxalátu

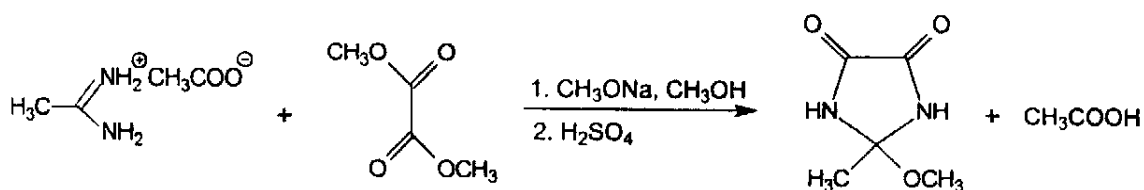


Acetamidin acetát (41,8 g; 0,35 mol) se rozpustí v 1100 ml methanolu a přidá se 207,5 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (1,16 mol methanolátu sodného). Během 3 hodin se přidává roztok diethyloxalátu (53,2 g; 0,36 mol) v 60 ml methanolu za teploty 10 °C. Po přidavku diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je 49,0 g (96 %), t.t. 155 až 157 °C.

¹H NMR (DMSO-d₆) δ 1,56 s (CH₃), 2,97 s (O-CH₃) 9,98 bs (NH) ppm,

¹³C NMR (DMSO-d₆) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

Příklad č. 2 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z acetamidin acetátu a diethyloxalátu



5

Acetamidin acetát (41,8 g; 0,35 mol) se rozpustí v 1100 ml methanolu a přidá se 207,5 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (1,16 mol methanolátu sodného). Během 3 hodin se přidává roztok diethyloxalátu (42,5 g, 0,36 mol) v 60 ml methanolu za teploty 10 °C. Po přidavku diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je 49,0 g (97 %), t.t. 155 až 156 °C.

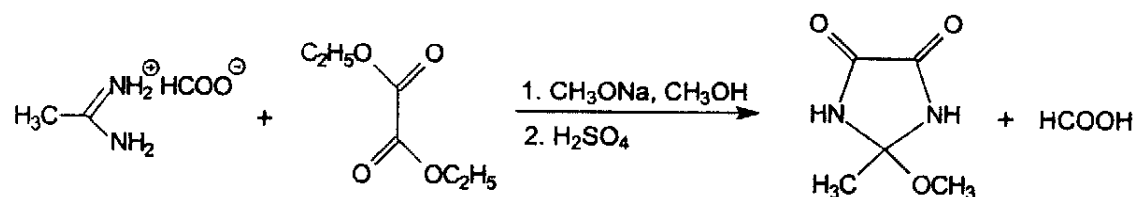
10

^1H NMR (DMSO- d_6) δ 1,56 s (CH_3), 2,97 s ($\text{O}-\text{CH}_3$) 9,98 bs (NH) ppm,

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

15

Příklad č. 3 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z acetamidin formiátu



20

Acetamidin formiát (22,2 g; 0,21 mmol) se rozpustí v 700 ml methanolu a přidá se 126,2 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (0,70 mol methanolátu sodného). Během 3 hodin se přidává roztok diethyloxalátu (32,4 g; 0,22 mol) ve 40 ml methanolu za teploty 10 °C. Po přidavku diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu je 27,5 g (89,2 %), t.t. 155 až 157 °C.

25

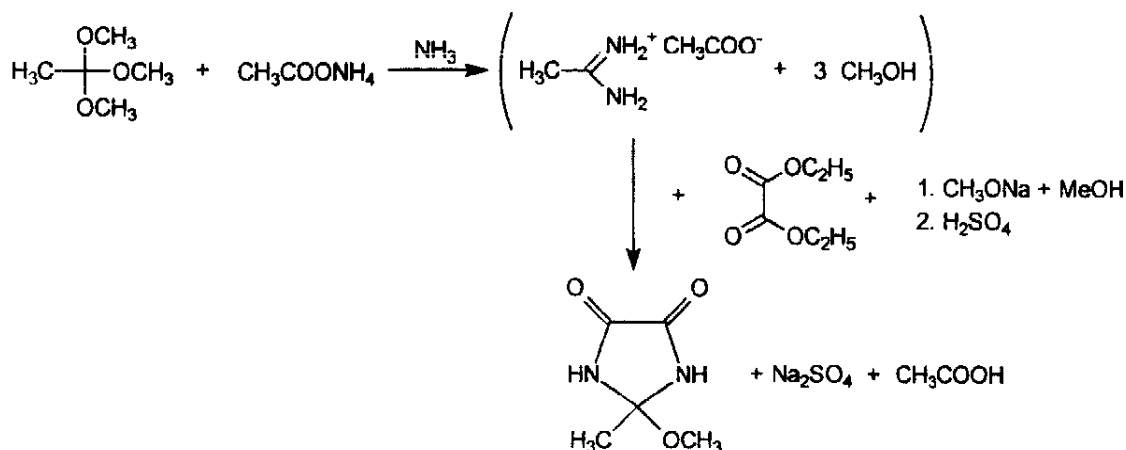
^1H NMR (DMSO- d_6) δ 1,56 s (CH_3), 2,97 s ($\text{O}-\text{CH}_3$) 9,98 bs (NH) ppm,

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

30

Příklad č. 4 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z trimethylorthoacetátu, amoniaku, 1 ekv. octanu amonného a diethyloxalátu

35



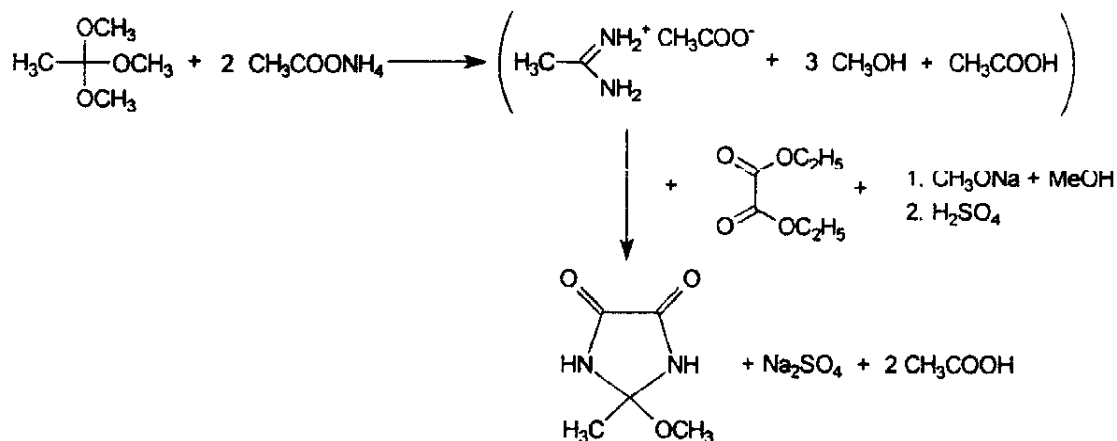
Směs octanu amonného (18,0 g; 0,23 mmol) a trimethylorthoacetátu (26,4 g; 0,22) se za míchání přivede k varu. Potom se do směsi zavádí plyný amoniak po dobu 45 minut. Vzniklý pevný produkt se rozpustí v 700 ml methanolu a pokračuje se v kondenzaci s diethyloxalátem bez izolace acetamidin acetátu.

Uvedený roztok acetamidin acetátu v methanolu se ochladí se na 10 °C a přidá se 130,6 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (0,73 mol methanolátu sodného). Během 3 hodin se přidává roztok diethyloxalátu (33,8 g, 0,23 mol) ve 40 ml methanolu za teploty 10 °C. Po přidavku diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu je 29,6 g (93,4 % počítáno na výchozí trimethylorthoacetát). %, t.t. 155 až 156 °C.

¹H NMR (DMSO-d₆) δ 1,56 s (CH₃), 2,97 s (O-CH₃) 9,98 bs (NH) ppm.

¹³C NMR (DMSO-d₆) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

Příklad č. 5 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu z trimethylorthoacetátu, 2 ekv. octanu amonného a diethyloxalátu



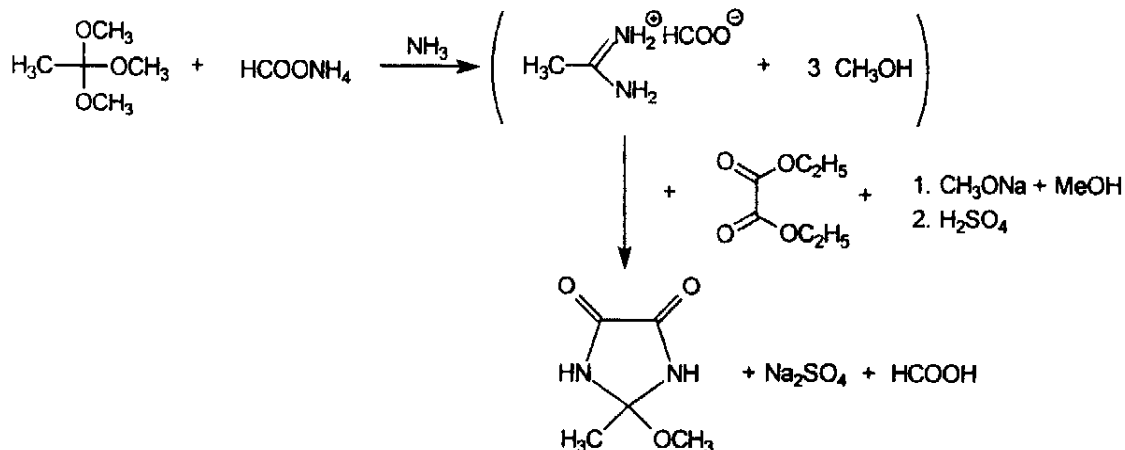
Směs octanu amonného (25,0 g; 0,32 mol) a trimethylorthoacetátu (19,1 g; 0,16 mol) se přivede za míchání k varu a zahřívá se 3,5 hodiny. Po uplynutí reakční doby se k této reakční směsi přidá 500 ml methanolu a následně se přidá 121,4 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (0,67 mol methanolátu sodného). Směs se vychladí na 10 °C a během 3 hodin se přidává diethyloxalát (23,7 g; 0,16 mol) ve 30 ml methanolu. Po přidavku diethyloxalátu se reakční směs ještě

60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu je 18,8 g (82,1 %), t.t. 153 až 155 °C.

^1H NMR (DMSO- d_6) δ 1,57 s (CH_3), 2,99 s ($\text{O}-\text{CH}_3$) 9,98 bs (NH) ppm,

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

Příklad č. 6 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu z trimethylorthoacetátu, amoniaku, 1 ekv. mravenčanu amonného a diethyloxalátu



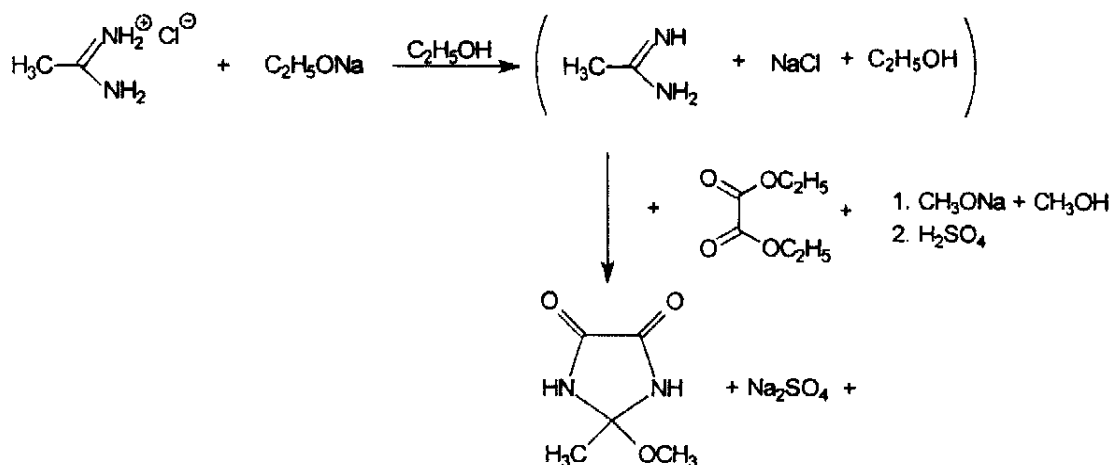
Směs mravenčanu amonného (5,0 g; 0,08 mol) a trimethylorthoacetátu (9,9 g; 0,08 mol) se za míchání uvede k varu. Potom se do směsi zavádí plynný amoniak po dobu 45 minut. Vzniklý pevný produkt se rozpustí v 200 ml methanolu a pokračuje se v kondenzaci s diethyloxalátem bez izolace acetamidin formiátu.

Uvedený roztok acetamidin formiátu v methanolu se ochladí na 10 °C a přidá se 40,3 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (0,23 mol methanolátu sodného). Během 3 hodin se přidává roztok diethyloxalátu (10,0 g; 0,07 mol) ve 20 ml methanolu za teploty 10 °C. Po přidání diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu je 10,39 g (88,0 %, počítáno na výchozí trimethylorthoacetát), t.t. 155 až 156 °C.

^1H NMR (DMSO- d_6) δ 1,56 s (CH_3), 2,97 s ($\text{O}-\text{CH}_3$) 9,98 bs (NH) ppm,

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

Příklad č. 7 – příprava 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu z volné báze acetamidinu



Acetamidin hydrochlorid (10,5 g; 0,11 mol) se rozpustí v 76 ml ethanolu při teplotě 30 °C. Po rozpuštění se směs ochladí na laboratorní teplotu a přidává se 36,0g 21% ethanolátu sodného v ethanolu (0,11 mol ethanolátu sodného) při laboratorní teplotě. Po nadávkování ethanolátu sodného se ponechá reagovat dalších 30 minut. Chlorid sodný se odfiltruje a filtrát se vakuově zahustí při 40 °C. Acetamidin ve formě volné báze, který zůstává v destilační baňce jako destilační zbytek, se ihned rozpustí ve 100 ml methanolu. Do uvedeného roztoku volné báze acetamidinu v methanolu se přidá 54,0 g 30% roztoku methanolátu sodného v methanolu (0,30 mol methanolátu sodného). Směs se vychladí na 10 °C a během 3 hodin se přidává diethyloxalát (16,4 g; 0,11 mol) ve 20 ml methanolu. Po přidávku diethyloxalátu se reakční směs ještě 60 minut míchá za laboratorní teploty. Směs se neutralizuje 96% kyselinou sírovou na pH 5, vyloučený síran sodný se zfiltruje a filtrát se za vakua odpaří do sucha. Výtěžek 2-methoxy-2-methylimidazolidinu-4,5-dionu je 11,51 g (72,0 %), t.t. 155 až 156 °C.

^1H NMR (DMSO- d_6) δ 1,55 s (CH_3), 2,96 s ($\text{O}-\text{CH}_3$) 9,98 bs (NH) ppm,

^{13}C NMR (DMSO- d_6) δ 27,2, 48,2, 92,0, 160,2.

Průmyslová využitelnost

Vynález je využitelný při výrobě výbušnin, neboť umožňuje zvýšení výtěžku 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu, odstranění Soxhletovy extrakce a zjednodušení výrobního procesu.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, při kterém se výchozí látka zpracovává na 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, **vyznačující se tím**, že jako výchozí látka se použije sůl acetamidinu s karboxylovými kyselinami, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje kyselinou sírovou a vznikající síran sodný se odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methyl-

imidazolidin-4,5-dion, methanol a 1 ekvivalent karboxylové kyseliny, načež se methanol a karboxylová kyselina oddestilují a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion.

5 2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že jako výchozí látka se použije acetamidin acetát nebo acetamidin formiát.

10 3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že výchozí látka se připraví z trimethylorthoacetátu, zůstává v roztoku, a bez izolace se pokračuje v kondenzační reakci za vzniku čistého 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu.

15 4. Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, při kterém se výchozí látka zpracovává na 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, **vyznačující se tím**, že jako výchozí látka se použije acetamidin ve formě volné báze, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje kyselinou sírovou a vznikající síran sodný se odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion a methanol, načež se methanol oddestiluje a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion.

20 5. Způsob přípravy 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dionu jako meziprojektu pro výrobu výbušnin, při kterém se výchozí látka zpracovává na 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion, **vyznačující se tím**, že jako výchozí látka se použije sůl acetamidinu s anorganickými kyselinami, která se nechá reagovat s diethyloxalátem nebo dimethyloxalátem 25 v methanolu za přítomnosti methanolátu sodného při teplotě od 0 °C do teploty varu reakční směsi, načež se po ukončení reakce vzniklá reakční směs neutralizuje kyselinou sírovou a vznikající síran sodný se odfiltruje, čímž se vytvoří výsledný filtrát obsahující 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion a methanol, načež se methanol oddestiluje a vznikne čistý 2-methoxy-2-methylimidazolidin-4,5-dion.

30 6. Způsob podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že jako výchozí látka se použije acetamidin nitrát nebo acetamidin chlorát nebo acetamidin perchlorát.

35

Konec dokumentu
