



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

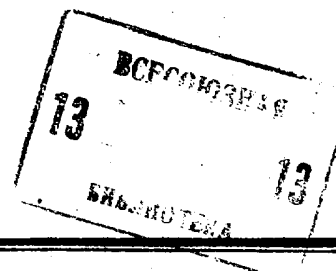
(19) **SU** (11) **1246891** **A3**

(51)4 C 07 C 127/19, C 07 D 295/20

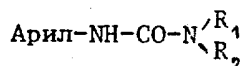
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



(21) 3336817/23-04
(86) РСТ/HU 81/00003 (23.01.81)
(22) 24.09.81
(31) 157/80, 158/80
(32) 25.01.80
(33) HU
(46) 23.07.86. Бюл. № 27
(71) Реанал Финомведьсердьяр (HU)
(72) Шандор Тёрёк, Лайош Вёрёшази,
Петер Галамбош, Иван Дароци и Золтан
Ерменьи (HU)
(53) 547.495.207(088.8)
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 166326, кл. C 07 C 127/19, 1964.
Патент США № 3161676, кл. 260-553,
опублик. 1964.
Патент Венгрии № 168295,
кл. A 01 N 9/00, опублик. 1977.
J. Amer. Chem. Soc. 76, 4458-4463,
1954.
(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПРОИЗВОД-
НЫХ N-(МОНО- ИЛИ ДИЗАМЕЩЕННЫХ)-N-
АРИЛМОЧЕВИН общей формулы I



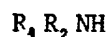
где Арил - незамещенный или замещен-
ный одним или несколькими атомами
галогена нитро, C_1-C_4 -алкил, C_1-C_4 -
алкокси-тригалоген- C_1-C_4 -алкильной
группой фенил;

R_1, R_2 - независимо один от друго-
го C_1-C_4 -алкил, C_1-C_4 -алкоксигруппа
или замещенный одним или нескольки-
ми атомами галогена или нитрогруппой
фенил, или один из R_1 и R_2 - водород,
или R_1 - пиридилметилгруппа, а R_2 -
водород, или R_1 и R_2 образуют вместе

с атомом азота морфолиновое кольцо
путем взаимодействия карбамата об-
щей формулы II



где Арил имеет указанные значения;
X - низшая алкоксигруппа,
подвергают взаимодействию с амином
общей формулы III



где R_1 и R_2 имеют указанные значе-
ния,
в среде органического растворителя
при температуре кипения реакционной
среды в присутствии катализатора -
триалкиламина, о т л и ч а ю щ и й-
с я тем, что, с целью упрощения
процесса, в качестве катализатора
используют третичный алкиламин об-
щей формулы IV

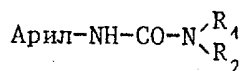


где R_3 и R_4 - низший алкил;
 R_5 - C_4-C_{16} -алкил

при условии, что суммарно содержится
минимум 6 атомов углерода, а один
алкильный радикал содержит минимум
4 атома углерода,
или смесь третичных алкиламинов об-
щей формулы IV, в количестве 0,5-
1 моль на 1 моль реакционного компо-
нента.

(19) **SU** (11) **1246891** **A3**

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения N-(моно- или дизамещенных)-N-арилмочевин общей формулы



где Арил - незамещенный или замещенный одним или несколькими атомами галогена нитро, C₁-C₄-алкил, C₁-C₄-алкокси-тригалоген-C₁-C₄-алкильной группой фенил,

R₁, R₂ - независимо один от другого C₁-C₄-алкил, C₁-C₄-алкоксигруппа или замещенный одним или несколькими атомами галогена или нитрогруппой фенил, или один из R₁ и R₂ - водород, или R₁ - пиридилметилгруппа, а R₂ - водород,

или R₁ и R₂ образуют вместе с атомом азота морфолиновое кольцо.

Указанные соединения могут быть использованы в качестве полупродуктов в синтезе биологически-активных веществ.

Целью изобретения является упрощение процесса.

Пример 1. Получение N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины. 4,22 г (0,02 моль) этил-N-(4-нитрофенил)-карбамата, 1,80 г (0,0167 моль) 3-аминометилпиридина и 3,18 г (0,0173 моль) трибутиламина растворяют в 25 мл сухого толуола и смесь в течение 5 ч выдерживают при температуре кипения. Выделившийся в осадок продукт отфильтровывают, 2 раза промывают ацетоном, используя каждый раз по 10 мл последнего, и затем сушат. В результате получают 4,33 г (85,1%) N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины, температура плавления которой 222-224°C (специально подготовленный образец имеет температуру плавления 223 - 225°C).

Описанную реакцию повторяют с тем отличием, что в качестве катализатора применяют 1,72 г (0,0175 моль) триэтиламина. Желаемый продукт начинает выделяться лишь через 4 ч после начала кипения реакционной смеси. Реакционную смесь выдерживают при температуре кипения в течение 36 ч, после чего выделившийся в осадок продукт отфильтровывают и 2 раза промывают ацетоном, используя каждый

раз по 10 мл последнего. В результате получают 3,3 г (64,9%) N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины с температурой плавления 222-224°C.

Пример 2. Получение N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины. 196,13 г (1 моль) метил-N-(4-нитрофенил)-карбамата, 108,14 г (1 моль) 3-аминометилпиридина и 106,7 г (0,5 моль) N,N-диметил-н-додециламина растворяют в 3 л ксилола. Реакционную смесь нагревают при температуре кипения с обратным холодильником, причем следы воды удаляют из смеси совместно с образующимся спиртом с помощью насадки Дина-Старка. Через 15-20 мин после начала нагревания из реакционной смеси выделяют в осадок конечный продукт. Смесь нагревают при температуре кипения в течение 4 ч, после чего суспензию фильтруют при температуре 100-110°C. Собранный на фильтре продукт 2 раза промывают нагретым ксилолом, используя каждый раз по 100 мл последнего, затем небольшим количеством ацетона, после чего продукт высушивают в вакууме. В результате получают 218,6 г (80,3%) N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины, температура плавления которой 221-223°C.

Пример 3. Получение N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины. Способ осуществляют по аналогии с примером 2, но в качестве катализатора применяют 0,5 моль N,N-диметил-Н-гексадециламина. В результате получают 240,67 г (88,4%) N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины, температура плавления которой 222-224°C.

Пример 4. Получение N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины. Смесь, состоящую из 5,88 г (0,03 моль) метил-N-(4-нитрофенил)-карбамата, 2,70 г (0,025 моль) 3-аминометилпиридина, 9,6 мл генамина CS 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₀₋₁₈-алкиламинов, продукт фирмы "Хёхст АГ") и 50 мл ксилола, помещают в колбу, снабженную колонкой Вигрекса и насадкой Дина-Старка, и смесь в течение 2 ч нагревают при температуре ее кипения. В течение этого времени отгоняют 6 мл смеси, состоящей из воды, метилового спирта и ксилола. Затем реакционную смесь отфильтровывают в горячем состоянии, крис-

таллический конечный продукт 2 раза промывают нагретым ксилолом, используя каждый раз по 5 мл последнего, и затем небольшим количеством ацетона, после чего продукт сушат. В результате получают 6,0 г (88,2%) N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины, температура плавления которой 223-225°C.

Пример 5. Получение N-(4-нитрофенил)-N'-(3-пиридилметил)-мочевины. 11,77 г (0,06 моль) метил-N-(4-нитрофенил)-карбамата, 5,4 г (0,05 моль) 3-аминопиридина, 18,7 г (0,065 моль) генамина SH 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₆₋₁₈-алкиламинов, продукт фирмы "Хёхст АГ") и 200 мл толуола помещают в описанный в примере 4 прибор и смесь нагревают при температуре кипения в течение 4 ч. За это время в насадке собирают 15 мл смеси воды, метилового спирта и толуола. Выделившееся в осадок твердое вещество отфильтровывают, 2 раза промывают нагретым толуолом, используя каждый раз по 10 мл последнего, затем фильтрат объединяют с промывным раствором и полученную смесь используют для проведения повторной указанной реакции. Маточник рециркулируют 10 раз. Результаты отдельных циклов представлены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Температура плавления, °C	Выход, %
1	10,85	221-223	79,72
2	12,95	223-225	95,15
3	11,95	225-224	87,80
4	10,65	221-223	78,25
5	11,00	222-224	80,82
6	11,82	224-225	86,84
7	12,65	224-226	92,94
8	10,50	223-225	77,14
9	11,00	222-224	80,82
10	13,28	224-226	97,57
Среднее	11,66		85,70

Пример 6. Получение N,N'-бис-(4-нитрофенил)-мочевины. 9,81 г (50 ммоль) метил-N-(4-нитрофенил)-карбамата, 6,9 г (50 ммоль) 4-нитроанилина, 140 мл ксилола и 11,8 г (приблизительно 50 ммоль) генамина CS 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₀₋₁₈-алкиламинов) помещают в колбу, снабженную обратным холодильником, после чего смесь нагревают при температуре кипения. Конечный кристаллический продукт желтого цвета появляется в реакционной смеси уже на третьей минуте нагревания, причем количество кристаллического осадка быстро увеличивают. После нагревания при температуре кипения в течение 0,5 ч густую и окрашенную в оранжевый цвет суспензию кристаллов фильтруют в вакууме еще в горячем состоянии. Собранный на фильтре продукт 2 раза промывают горячим ксилолом, используя каждый раз по 20 мл последнего, а затем ацетоном, после чего продукт сушат в вакууме. В результате получают 12,78 г (85,2%) N,N'-бис-(4-нитрофенил)-мочевины. По данным хроматографии в слое сорбента при применении в качестве растворителя смеси n-гексана и ацетона в соотношении 3:1, продукт представляет собой однородное вещество. По данным хроматографии продукт идентичен специально подготовленному образцу.

Пример 7. Получение N,N'-бис-(4-нитрофенил)-мочевины. Способ осуществляют по аналогии с описанным в примере 6, но с отличием, что в колбе подключают перегонную колонку, причем смесь поддерживают в состоянии легкого кипения, а из смеси постоянно удаляют метиловый спирт. После проведения реакции в течение 2 ч продукт реакции отфильтровывают, к фильтрату прибавляют 50 ммоль метил-N-(4-нитрофенил)-карбамата и 50 ммоль 4-нитроанилина, после чего реакцию повторяют. Результаты, полученные в четырех последовательно осуществленных циклах, представлены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Выход, %	Качество продукта по данным хроматографии
1	13,36	89,1	Однородный
2	14,30	95,3	" "

Продолжение табл. 2

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Выход, %	Качество продукта по данным хроматографии
3	13,58	90,5	—
4	14,75	98,3	—

Примечание. По температуре плавления качество продукта не может быть охарактеризовано достаточно точно, поскольку тотчас после плавления соединение начинает сублимироваться.

Пример 8. Получение N-(4-хлорфенил)-карбамоилморфолина. Смесь 9,28 г (50 ммоль) метил-N-(4-хлорфенил)-карбамата, 4,36 г (50 ммоль) морфолина, 100 мл ксилола и 10,6 г (50 ммоль) N,N-диметилтетрадециламина осторожно нагревают при температуре кипения реакционной смеси в течение 6 ч. Посредством отгонки метиловый спирт постоянно удаляют из реакционной смеси. После этого нагревание прекращают, смесь охлаждают и выдерживают в течение ночи. Выделившийся в осадок кристаллизации продукт отфильтровывают и сушат. В результате получают 9,1 г (75,6%) N-(4-хлорфенил)-карбамоилморфолина, температура плавления которого 196–200°C (специально приготовленный образец имеет температуру плавления 196–200°C).

Пример 9. Получение N-(4-хлорфенил-N'-3,4-дихлорфенил)-мочевины. Смесь 4,61 г (25 ммоль) метил-N-(4-хлорфенил)-карбамата, 4,07 г (25 ммоль) 3,4-дихлоранилина, 100 мл толуола и 4,7 г (25 ммоль) N,N-диметилдодециламина вводят во взаимодействие по аналогии с описанным в примере 8, причем взаимодействие осуществляют в течение 20 ч, после чего смеси дают возможность охладиться. В результате отделения от смеси получают 4,60 г (58,4%) N-(4-хлорфенил)-N'-(3,4-дихлорфенил)-мочевины в виде кристаллического вещества.

Пример 10. Получение N-(3,4-дихлорфенил)-карбамоилморфолина.

Смесь, состоящую из 5,50 г (25 ммоль) метил-N-(3,4-дихлорфенил)-карбамата, 2,18 г (25 ммоль) морфолина, 100 мл ксилола и 4,7 г (25 ммоль) N,N-диметилдодециламина, вводят во взаимодействие по аналогии с описанным в примере 8, причем взаимодействие осуществляют в течение 12 ч. Выделившееся при охлаждении в осадок кристаллическое вещество отфильтровывают, к фильтрату прибавляют 25 ммоль метил-N-(3,4-дихлорфенил)-карбамата и 25 ммоль морфолина, после чего реакцию повторяют. После первой реакции получают 5,0 г (72,7%) N-(3,4-дихлорфенил)-карбамоилморфолина, в то время как после второй реакции получают 6,35 г (92,3%) того же самого соединения. Обе фракции имеют температуру плавления 152–155°C (специально подготовленный образец плавится при 157–158°C).

Описанную выше реакцию повторяют таким образом, что к смеси прибавляют 25 ммоль триэтиламина вместо N,N-диметилдодециламина. В результате получают 3,05 г (44,3%) желаемого конечного продукта после проведения реакции в течение 24 ч.

Пример 11. Получение N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метил-N'-бутилмочевины. Смесь, состоящую из 5,50 г (25 ммоль) метил-N-(3,4-дихлорфенил)-карбамата, 2,18 г (25 ммоль) N-бутилметиламина, 4,7 г (25 ммоль) N,N-диметилдодециламина и 100 мл легкого бензина, вводят во взаимодействие по аналогии с описанным в примере 8, причем взаимодействие осуществляют в течение 3 ч. Выделившееся в осадок твердое вещество отфильтровывают, к фильтрату прибавляют 2,18 г (25 ммоль) N-бутилметиламина и 25 ммоль метил-N-(3,4-дихлорфенил)-карбамата, после чего реакцию проводят повторно. После первой реакции получают 3,70 г (53,8%) N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метил-N'-бутилмочевины, в то время как после второй реакции выделяют 5,05 г (73,4%) того же самого соединения. Обе фракции имеют температуру плавления 108–111°C (специально подготовленный образец имеет температуру плавления 116–117°C).

Пример 12. Получение N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метил-N'-бутилмочевины. Способ осуществляют по аналогии с описанным в примере 11, но в ка-

честве растворителя применяют 100 мл ксилола. Течение реакции контролируют с помощью хроматографии в слое сорбента. Когда по данным хроматографии реакция протекает приблизительно на 90%, смесь упаривают в вакууме. В результате получают вязкий остаток желтоватого цвета, который хорошо растворяется в таких органических растворителях, как, например, ацетон и метилэтилкетон, и который можно применять при приготовлении гербицидного раствора для опрыскивания.

Пример 13. Получение N-(4-хлорфенил)-N',N'-диметилмочевины. Смесь, состоящую из 12,8 г (0,1 моль) 4-хлоранилина, 10,3 г (0,1 моль) метил-N,N-диметилкарбамата, 20 мл диметилгексадециламина и 100 мл высококипящей фракции петролейного эфира (температура кипения в области 160-180°C), вводят во взаимодействие по аналогии с описанным в примере 12. Когда по данным хроматографии реакция протекает приблизительно на 90%, реакцию прекращают. В результате получают раствор N-(4-хлорфенил)-диметилмочевины (монурон), который может быть непосредственно использован при получении такого гербицидного препарата, как жидкость для опрыскивания или пропитанный гранулированный препарат.

Пример 14. Получение N-(4-хлорфенил)-N',N'-диметилмочевины. 4,64 г (0,025 моль) метил-N-(4-хлорфенил)-карбамата и 21,3 мл генамина LA 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₂₋₁₄-алкиламинов, продуктов фирмы "Хёхст АГ") перемешивают в колбе емкостью 100 мл, которая снабжена перегонной колонкой. Смесь нагревают до 150-160°C и прибавляют газообразный диметиламин. На конечной стадии реакции реакционную смесь нагревают выше 160°C, для того чтобы произвести удаление метилового спирта. Вся реакция продолжается приблизительно 2 ч.

Полученному раствору, окрашенному в желтовато-коричневый цвет, дают возможность охладиться, после чего отфильтровывают твердый кристаллический осадок белого цвета. Осадок на фильтре промывают 3 раза н-гексаном, используя каждый раз по 10 мл последнего, и затем сушат. Фильтрат объединяют с промывным раствором и полученную смесь применяют в после-

дующих циклах в качестве реакционной среды. В следующем цикле 4,64 г указанного карбамата вводят в реакционную среду, после чего смесь нагревают при подаче газообразного диметил-амина. Сначала отгоняют н-гексан, который применяют в предыдущем цикле в качестве средства для промывки, затем его собирают отдельно и вновь применяют в качестве средства для промывки.

Объединенные маточник и промывной раствор рециркулируют 10 раз. Результаты, полученные в отдельных циклах, представлены в табл.3.

Т а б л и ц а 3

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Температура плавления, °C	Выход, %
1	2,70	168-171	54,33
2	3,05	169-171	61,36
3	4,20	170-172	84,51
4	4,50	169-171	90,54
5	4,10	167-169	82,49
6	3,50	167-169	70,42
7	4,50	168-169	90,54
8	3,95	172-173	79,48
9	3,75	172-173	75,45
10	4,55	168-169	91,55
Среднее	3,88		78,07

Примечание. По литературным данным температура плавления N-(4-хлорфенил)-N',N'-диметилмочевины (монурона) 174-175°C.

Пример 15. Получение N-фенил-N',N'-диметилмочевины. Способ осуществляют по аналогии с описанным в примере 14, но в качестве исходного вещества применяют 3,78 г

(0,025 моль) метил-N-фенилкарбамата и смесь нагревают при 140-180°C в течение 1,5 ч. Объединенные маточник и промывной раствор рециркулируют 8 раз. Полученные в отдельных циклах результаты представлены в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Температура плавления, °C	Выход, %
1	2,10	127-130	51,20
2	3,41	124-127	83,17
3	3,85	125-128	93,90
4	3,75	124-126	91,46
5	1,87	131-133	45,61
6	4,95	124-127	120,73
7	3,05	122-126	74,40
8	3,60	122-126	87,80
Среднее	3,32		81,03

Примечание. По литературным данным температура плавления N-фенил-N',N'-диметилмочевины (фенурон) 133-134°C.

Пример 16. Получение N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метокси-N'-метилмочевины. 5,5 г (0,025 моль) метил-N-(3,4-дихлорфенил)-карбамата при перемешивании и нагревании растворяют в 23 мл (приблизительно 0,075 моль) генамина LA 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₂₋₁₄-алкиламинов). Реакционную массу выдерживают при 200°C, после чего через смесь пропускают 2,3 г (0,0375 моль) газообразного метокси-метиламина приблизительно в течение 3 ч. За течением реакции следят с помощью хроматографии в слое адсорбента, кроме того, производят контроль посредством измерения температуры паров, находящихся над смесью. Когда степень превращения достигает

приблизительно 90%, реакцию заканчивают. В результате получают раствор N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метокси-N'-метилмочевины (линурон). Полученный раствор легко может быть разбавлен такими обычными органическими растворителями, как ацетон или метилэтилкетон, и затем непосредственно может быть применен для получения гербицидных составов, например, жидкости для опрыскивания или пропитанного гранулированного препарата.

Пример 17. Смесь 3,78 г (0,025 моль) метилового сложного эфира N-фенилкарбаминовой кислоты и 21,3 мл генамина LA 302 D (смесь N,N-диметил-C₁₂₋₁₄-алкиламинов, изготовитель "Хёхст АГ") нагревают в колбе объемом 100 мл, снабженной дистилляционной насадкой, причем через смесь продувают газообразный диметиламин. В наибольшей части времени реакции температуру поддерживают при 140-160°C, и только в конце допускают повышение до 180°C, пока не улетучивается дистиллят (метанол). Все время реакции составляет около 1,5 ч.

Раствор охлаждают, осажженный в кристаллической форме конечный продукт отфильтровывают, трижды промывают 10 мл н-гексана, затем сушат, фильтрат, соединенный с промывной жидкостью в следующей реакции, снова применяют как среду, причем опять добавляют 3,78 г метилового сложного эфира N-фенилкарбаминовой кислоты и наряду с введением диметиламина повторяют указанную реакцию. При нагревании сначала подвергают повторной перегонке примененный для промывки н-гексан, который отдельно улавливается и снова применяется для промывки следующего конечного продукта.

Реакция при применении той же реакционной смеси повторяется 8 раз. Полученные результаты обобщены в табл. 5.

Т а б л и ц а 5

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Точка плавления, °C	Выход, %
1	2,10	127-130	51,20
2	3,41	124-127	83,17

Продолжение табл. 5

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Точка плавления, °C	Выход, %
3	3,85	125-128	93,90
4	3,75	124-126	91,46
5	1,87	131-133	45,61
6	4,95	124-127	120,73
7	3,05	122-126	74,40
8	3,60	122-126	87,80
Среднее	3,32	125-128	81,03

Точка плавления N-фенил-N,N'-диметилмочевины (фенурона) составляет по литературным данным 133-134°C.

Пример 18. Получение N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метокси-N'-метилмочевины (линурона). 5,5 г (0,025 моль) метилового сложного эфира N-(3,4-дихлорфенил)-карбаминовой кислоты при перемешивании и нагревании растворяют в 23 мл (около 0,075 моль) ген-амина LA 302 D (смесь диметил-C₁₂₋₁₄-алкиламина, изготовитель "Хёхст AG"), и через трубу для подачи газа продувают через смесь в течение приблизительно 3 ч всего 2,3 г (0,0375 моль) метокси-метиламина, в то время как температура поддерживается около 200°C. За ходом реакции следят, во-первых, на основании температуры пара, во-вторых, благодаря послойной хроматографии. Когда заканчивается около 90% реакции, прекращают превращение. Получают раствор N-(3,4-дихлорфенил)-N'-метокси-N'-метилмочевины, который можно легко разбавлять дальше органическими растворителями, например, ацетоном или метилэтилкетонном и применять в этой форме прямо для получения гербицидных препаратов, например, растворов для опрыскивания или пропитанных гранулятов.

Пример 19. Получение N-(3-хлор-4-метил-фенил)-N',N'-диметилмочевины (хлортолулона). Смесь

4,99 г (25 моль) метил-N-(3-хлорметил-фенил)-карбамата, 6,74 г (25 ммоль) армина DM16D (N,N-диметилгексадециламина технического качества, изготовитель "Akzo Chemie Stalia Spa") и 25 мл ксилола превращают, как описано в примере 14, с диметил-амином за 5 следующих одна за другой реакций. Полученные результаты обобщены в табл. 6.

Таблица 6

Цикл	Конечный продукт		
	Вес, г	Точка плавления, °C	Выход, %
15			
1	3,56	143-146	66,92
2	4,00	144-146	75,19
3	4,10	144-145	77,07
4	5,35	144-146	100,56
5	4,35	144-146	81,77
20			
Среднее	4,27	144-146	80,36

Точка плавления хлортолулона составляет по данным специальной литературы 147-148°C.

Пример 20. Получение N-(4-изопропил-фенил)-N,N'-диметилмочевины (изопротурона). Смесь 14,50 г (75 ммоль) метил-N-(4-изопропил-фенил)-карбамата 6,04 г (25 ммоль) армина DM14D катализатора (N,N-диметилтетрадециламина технического качества, изготовитель "Akzo Chemie Stalia Spa") и 25 мл лакового бензина поддерживают при постоянной подаче газообразного диметиламина, как в примере 14, при 140-150°C. После одного часа превращения прекращают нагревание и подачу газа. При охлаждении смеси начинается при 80°C охлаждение конечного продукта. Продукт отфильтровывают при комнатной температуре, промывают 2 раза 20 мл лакового бензина, затем гексаном и сушат. Получают 7,60 г (49,13%) N-(4-изопропил-фенил)-N',N'-диметилмочевины, точка

плавления 153-155°C (по данным литературы 155-156°C).

Пример 21. Получение N-(3-трифторметил-фенил)-N',N'-диметилмочевины (флуометурона). Действуют как в примере 17, но берут в качестве исходного вещества 12,1 г (75 ммоль) 3-трифторметил-анилина. Получают 11,0 г (63,2%) N-(3-трифторметил-фенил)-N',N'-диметилмочевины, точка плавления 159-162,5°C (по данным литературы 163-164,5°C).

Пример 22. Получение N-(3-хлор-4-метокси-фе-

нил)-N',N'-диметил-мочевины (метоксурина).

Действуют как в примере 17, но берут в качестве исходного вещества 11,82 г (75 ммоль) 3-хлор-4-метокси-анилина. Получают 14,10 г (82,3%) N-(3-хлор-4-метокси-фенил)-N',N'-диметилмочевины, точка плавления 123-125°C (по данным литературы 126-127°C).

Предложенный способ позволяет получить заявленные соединения более простым способом с хорошим выходом, что ранее было неизвестно.

Редактор Р.Цицика Составитель С.Полякова
Техред И.Попович Корректор Л.Пилипенко

Заказ 4029/59 Тираж 379 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4