



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

257824

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 103/76

(22) Prihlášené 14 11 85

(21) PV 8213-85

(40) Zverejnené 12 11 87

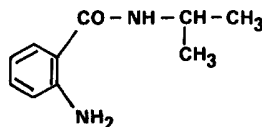
(45) Vydané 14 04 89

(75)
Autor vynálezu

VÉGH DANIEL ing. CSc., KOVÁČ JAROSLAV prof. ing. DrSc.,
KRUTOŠÍKOVÁ ALŽBETA doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob čistenia 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamidú

Riešenie sa týka spôsobu vyčistenia 2-amino-N-(1-metyletyl) benzamidú za účelom odstránenia prímiesí, ktorými sú látky kyslej, zásaditej a neutrálnej povahy. Podstata spôsobu čistenia spočíva v tom, že na surový 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid rozpustený vo vode alebo organických rozpúšťadlách, vybratých zo skupiny aromatických uhľovodíkov ako benzén, toluén, xylén, éterov ako dietyléter, 1,2-dimetoxyetán, halogenovaných uhľovodíkov ako dichlórmetán, 1,2-dichlóretán, chloroform, esterov kyseliny octovej pri teplote varu rozpúšťadla sa pôsobí 1 až 6 N vodným roztokom bázičských činidiel ako sú uhličitany, hydrogenuhlíčitany a hydroxidy alkalic-kých kovov a kovov alkalických zemín až do neutrálnej reakcie, po oddelení vodných roztokov bázičských činidiel sa na organickú fázu pôsobí aktívnym uhlím v množstve 0,2 až 3 % hmot. na hmotnosť surového produktu pri teplote varu rozpúšťadla, nerozpustný podiel sa odfiltruje a filtrát sa ochladí na teplotu 0 až 10 °C, prípadne zahustí ku kryštalizácii.



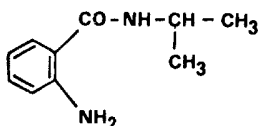
Vynález sa týka spôsobu čistenia 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid.

2-amino-N-(1-metyletyl)-bezamid je potenciálne využiteľným prekurzorom pre prípravu Bentazonu (Zeidler A., Fischer A., Weiss G.: NSR pat. 1 542 836 (1966); OXON, Italia, Eur. patent 70 467 (1981); Merkle H. et al. NSR pat. 2 710 382 (1978))-herbicídneho prípravku, ktorý má široké uplatnenie v poľnohospodárskej praxi.

Príprava 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid je predmetom niekoľkých prác (Staigner R. all.: J. Org. Chem. 18, 1 427, 1953; Jacobs S.: J. Heterocyclic Chem. 7, 1 337, 1970)-ako aj niekoľkých patentov (Eur. pat. 57 424, 1982; NSR pat. 2 719 020).

2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid pre aplikáciu sa však vyžaduje v takej forme, aby bol čo najčistejší a nerozkladal sa pri použití, neobsahoval kyslé zložky ako antranilová kyselina, ftálová kyselina, chlorovodíková kyselina, fosforečná kyselina ... atď., ani zásadité a neutrálne zložky ako sú soli antranilovej a ftálovej kyseliny, ftalimid, amidy ftálovej kyseliny ... atď., ako nečistoty. Spôsob jeho čistenia však nie je doposiaľ v literatúre popísaný.

Uvedenú nevýhodu v podstatnej miere odstraňuje spôsob čistenia 2-amino-N-(1-metyletyl)-benzamid vzorca



podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že na surový 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid rozpustený vo vode alebo organických rozpúšťadlách, vybraných zo skupiny aromatických uhľovodíkov ako benzén, toluén, xylén, éterov, ako dietyléter, 1,2-dimetoxyetán, halogenovaných uhľovodíkov ako dichlórmetán, 1,2-dichlórétán, chloroform, esterov kyseliny octovej pri teplote varu rozpúšťadla sa pôsobí 1 až 6 N vodným roztokom bázičných činidiel ako sú uhličitany, hydrogenuhličitany a hydroxidy alkalických kovov a kovov alkalických zemín až do neutrálnej reakcie, po oddelení vodných roztokov bázičných činidiel sa na organickú fázu pôsobí aktívnym uhlím v množstve 0,2 až 3 % hmot. na hmotnosť surového produktu pri teplote varu rozpúšťadla, nerozpustný podiel sa odfiltruje a filtrát sa ochladí na teplotu 0 až 10 °C, prípadne zahustí ku kryštalizácii.

Extraktiou bázičnými činidlami sa odstránia nečistoty kyslého a zásaditého charakteru a následným pôsobením aktívnym uhlím sa odstránia aj látky neutrálnej povahy.

Spôsobom podľa vynálezu sa získa produkt o čistote 98 až 99,8 % účinnej látky.

P r í k l a d 1

100 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (90 % účinnej látky) sa rozpustí v 1 000 ml toluénu pri bode varu rozpúšťadla a po premytí s 1 N roztokom uhličitanu sodného sa prevarí s 2 g aktívneho uhlia. Po sfiltrovaní za horúca sa filtrát ochladí na 10 °C. Vypadnutá biela kryštalická látka sa odfiltruje a premyje s 100 ml toluénu. Po čiastočnom zahutnení sa získajú ďalšie podiely 2-amino-N-(1-metyletyl)bezamid. Získa sa pri 7 °C 90 g 2-amino-N-(1-metyletyl)-benzamid o 98 % účinnej látky. Teplota topenia 149 °C.

P r í k l a d 2

100 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (96 % účinnej látky) sa rozpustí v 1 000 ml dietyléteru a po neutralizácii so 6 N hydroxidom sodným sa éterická vrstva 5 min. povarí s 0,2 g aktívneho uhlia. Po sfiltrovaní nerozpustných podielov éterov sa oddestiluje za vákua. Získa sa pri 10 °C 92 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid o čistote 98 % a t. t. 149 °C.

P r í k l a d 3

10 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (80 % účinnej látky) sa rozpustí v 1 000 ml vody a 20 ml 1,2-dimetoxyetánu pri teplote varu rozpúšťadla. Po pridaní 1 N hydroxidu draselného do neutrálnej reakcie a prevarení s 0,2 g aktívneho uhlia sa odfiltrujú nerozpustné podiely z roztoku a získa sa pri 5 °C 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid o čistote 99,5 %, t.t. 149 °C.

P r í k l a d 4

10 g 1-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (80 % účinnej látky) sa rozpustí v 100 ml dichlórmetánu za pridaní 1 N hydroxidu vápenatého do neutrálnej reakcie. Po prevarení dichlórmetánového roztoku s 0,2 g aktívneho uhlia sa získa pri 3 °C 7 g 2-amino-(1-metyletyl)benzamid o čistote 99,5 %, t.t. 149 °C.

P r í k l a d 5

10 g 2-amino(1-metyletyl)benzamid (85 % účinnej látky) sa rozpustí pri 60 °C v 100 ml etylacetátu. Po neutralizácii s 2 N hydroxidom vápenatým sa organická fáza 5 min. povarí s 0,3 g aktívneho uhlia a po filtrácii pri 5 °C sa získa 7 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid o čistote 99 %, t.t. 149 °C.

P r í k l a d 6

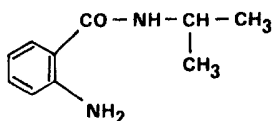
1 000 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (95 % účinnej látky) sa rozpustí v 10 000 ml toluénu a 1 000 ml 1,2-dimetoxyetánu pri 100 °C a po premytí s 1 N vápenatým mliekom $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sa prevarí 5 min. s 30 g aktívneho uhlia. Po sfiltrovaní za horúca a zahustení na polovičný objem sa získa 750 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid pri 5 °C o čistote 99,5 %. Z matečného roztoku po oddestilovaní 400 ml rozpúšťadla sa získa ďalších 200 g látky o účinnosti 99 %.

P r í k l a d 7

10 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid (95 % účinnej látky) sa rozpustí pri 100 °C v 1 000 ml vody. Po neutralizácii s 1 N NaOH sa povarí 10 min. s 0,5 g aktívneho uhlia a po filtrácii za horúca a po ochladení na 3 °C sa získa 9 g 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid o čistote 99,5 % a t.t. 149 °C.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob čistenia 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid vzorca



obsahujúceho maximálne 20 % nečistôt, ktorými sú látky kyslého zásaditého a neutrálneho, charakteru, vyznačujúci sa tým, že na surový 2-amino-N-(1-metyletyl)benzamid rozpustený vo vode alebo organických rozpúšťadlách, vybratých zo skupiny aromatických uhľovodíkov ako benzén, toluén, xylén, éterov ako dietyléter, 1,2-dimetoxyetán, halogenovaných uhľovodíkov ako dichlórmetán, 1,2-dichlórétán, chloroform, esterov kyseliny octovej pri teplote varu rozpúšťadla sa pôsobí 1 až 6 N vodným roztokom bázičských činidiel ako sú uhličitany, hydrogenuhličitany a hydroxidy alkalických kovov a kovov alkalických zemín až do neutrálnej reakcie, po oddelení vodných roztokov bázičských činidiel sa na organickú fázu pôsobí aktívnym uhlím v množstve 0,2 až 3 % hmot. na hmotnosť surového produktu pri teplote varu rozpúšťadla, nerozpustný podiel sa odfiltruje a filtrát sa ochladí na teplotu 0 až 10 °C, prípadne zahustí ku kryštalizácii.