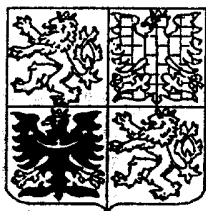


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 26.08.87
(32) 29.08.86, 29.08.86
(31) 86/902274, 86/902275
(33) US, US
(40) 15.02.95

(21) 6238-87.U

(13) A3

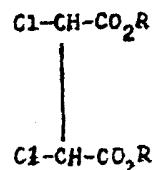
6(51)

C 07 C 211/46
C 07 C 69/657
C 07 D 215/00

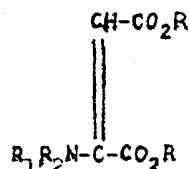
- (71) American Cyanamid Company, Stamford, CT, US;
(72) Maulding Donald Roy, Somerville, NJ, US;
(54) Způsob přípravy anilínofumarátu a od něho odvozené kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové

(57) Uvede se v reakci dichlorsukcinát obecného vzorce I, ve kterém R znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4, se 3 molárními ekvivalenty aminu obecného vzorce R_1R_2NH , ve kterém R_1 a R_2 znamenají atom vodíku nebo alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 6, za předpokladu, že pouze jeden z R_1 nebo R_2 znamená vodík, nebo R_1 a R_2 společně s atomem dusíku, ke kterému jsou vázány, znamenají 5- nebo 6-členný kruh obsahující nejvýše 2 heteroatomy ze skupiny zahrnující kyslík nebo dusík, v inertním organickém rozpouštědle při teplotě vymezené teplotou 25 stupňů C a teplotou zpětného toku po dobu 1 až 24 hodin, načež se rezultující směs alkylaminomaleátu nebo alkylaminofumarátu obecného vzorce IIIa a chloraminosukcinátu obecného vzorce IIIb, kde R, R_1 a R_2 mají výše uvedený význam pro obecný vzorec I a II, uvede v reakci s molárním ekvivalentem anilinu v inertním organickém rozpouštědle obsahujícím organickou kyselinu obsahující 2 až 4 atomy uhlíku při teplotě 25 až 90 stupňů C po dobu 1 až 24 hodin, načež se takto vytvořený anilínofumarát případně uvede v reakci s ekvimolárním množstvím Vilsmeierova činidla v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla nebo chlorovaného uhlovodíkového rozpouštědla při teplotě 40 až 110 stupňů C po dobu nezbytnou k podstatnému ukončení reakce a získání dialkylchinolin-2,3-dikarboxylátu, který se potom hydrolyzuje.

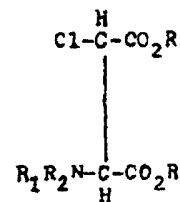
obecný vzorec I:



obecný vzorec IIIa:



obecný vzorec IIIb:



1
- 1 -

Vynález se týká způsobu přípravy anilino-fumarátu a od něho odvozené kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové. Obě uvedené látky jsou užitečné jako meziprodukty pro přípravu herbicidně účinných pyridinových a chinolinimidazolinonových sloučenin.

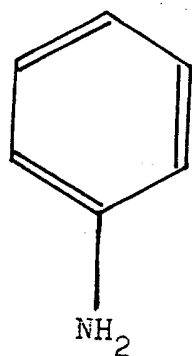
Herbicidně účinné pyridinové a chinolinimidazolinonové sloučeniny připravitelné ze sloučenin připravených způsobem podle vynálezu zahrnují 2-(4-isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)chinolin-3-karboxylovou kyselinu a její estery a soli, které jsou popsány v evropské patentové přihlášce O 041 623. Tyto herbicidně účinné imidazolinylchinolinkarboxylové kyseliny mohou být připraveny způsobem popsaným v americkém patentu US 4,518,780 cyklizací za bázických podmínek vhodně substituované kyseliny 2-karbamoylchinolin-3-karboxylové, která může být zase připravena reakcí anhydridu substituované kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové s vhodně substituovaným aminokarboxamidem nebo aminothiokarboxamidem. Anhydridy kyselin chinolin-2,3-dikarboxylových ~~kyselin~~ se připraví z dikyselin dobře známými postupy. Avšak tyto dikyseliny nejsou snadno dostupné.

Použitelná metoda pro přípravu kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové a jejích esterů reakcí beta-anilino-

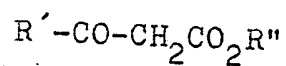
alfa,beta-nenasyceného esteru s imoniovou solí (obvykle nazývanou Vilsmeierovým činidlem) je popsána v patentu US 4,656,283.

Beta-anilino-alfa,beta-nenasycené estery se získají reakcí vhodně substituovaných anilinů s ketoestery nebo dialkylacetylendikarboxyláty. Tato sumární reakce pro přípravu chinolin-2,3-dikarboxylátů je ilustrována následujícím reakčním schématem I.

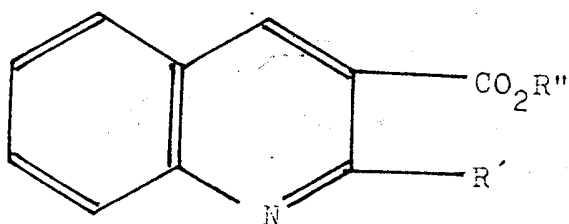
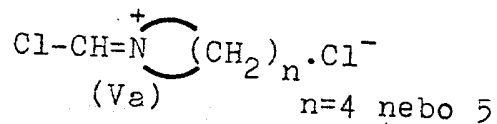
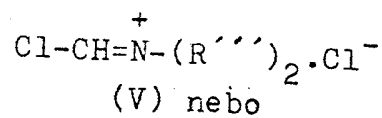
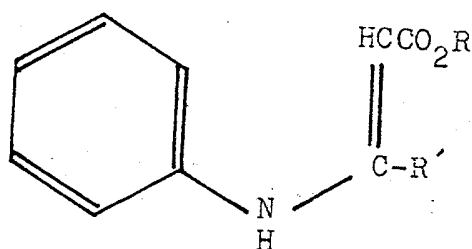
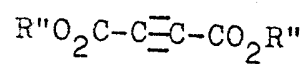
Reakční schéma 1



+



nebo



Ve výše uvedeném reakčním schématu 1 R' znamená methylovou skupinu nebo skupinu CO_2R'' a R'' znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4 a R''' znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4, zejména methylovou skupinu.

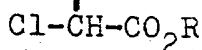
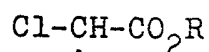
Když R' znamená methylovou skupinu, potom se di-kyselina získá souběžnou oxidací a hydrolýzou produktu za vodných bázeických podmínek v přítomnosti peroxidu niklu, popsanou v americkém patentu US 4,459,409.

Bohužel dostupnost ketoesterů a dialkylacetylen-dikarboxylátů, jako například diethyloxalacetátu a diethylacetylendikarboxylátu, je omezená, což rovněž omezuje vyrobená množství anilino-fumarátu a kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové, které představují žádoucí mezi-produkt pro přípravu herbicidně účinné kyseliny 2-(4-iso-propyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)chinolin-3-karboxylové a jejích esterů a solí.

Toto omezení odstraňuje způsob podle vynálezu, který zajišťuje zdroj kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové a jejích esterů a solí reakcí dichlorsukcinátu a aminu za vzniku anilino-fumarátu. Tento snadno dostupný zdroj anilino-fumarátu umožňuje následnou výrobu kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové, která je nezbytná pro

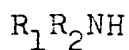
výrobu herbicidů tvořených kyselinou 2-(4-isopropyl-4-methyl-5-oxo-2-imidazolin-2-yl)chinolin-3-karboxylovou s jejími estery a solemi.

Předmětem vynálezu je způsob přípravy anilinofumarátu a od něho odvozené kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové, jehož podstata spočívá v tom, že se uvede v reakci dichlorsukcinát obecného vzorce I



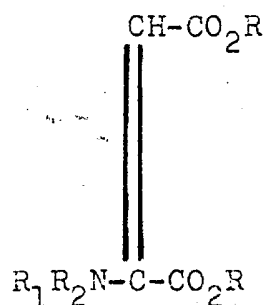
(I),

ve kterém R znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4, se 3 molárními ekvivalenty aminu obecného vzorce II

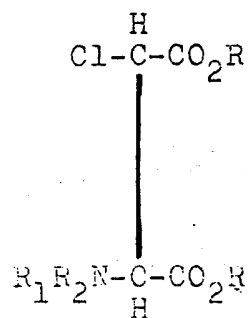


(II),

ve kterém R_1 a R_2 znamenají atom vodíku nebo alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 6, za předpokladu, že pouze jeden z R_1 nebo R_2 znamená vodík, nebo R_1 a R_2 společně s atomem dusíku, ke kterému jsou vázány, znamenají 5- nebo 6-členný kruh obsahující nejvýše 2 heteroatomy ze skupiny zahrnující kyslík nebo dusík, v inertním organickém rozpouštědle při teplotě vymezené teplotou 25 °C a teplotou zpětného toku po dobu 1 až 24 hodin, načež se rezultující směs alkylaminomaleátu nebo alkylaminofumarátu obecného vzorce IIIa a chloraminosukcinátu obecného vzorce IIIb



(IIIa),



(IIIb),

kde R , R_1 a R_2 mají výše uvedený význam pro obecný vzorec I a II, uveďte v reakci s molárním ekvivalentem anilinu v inertním organickém rozpouštědle obsahujícím organickou kyselinu obsahující 2 až 4 atomy uhlíku při teplotě 25 až 90 °C po dobu 1 až 24 hodin, načež se takto vytvořený anilino-fumarát případně uveďte v reakci s ekvimolárním množstvím Vilsmeierova činidla v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla nebo chlorovaného uhlovodíkového rozpouštědla při teplotě 40 až 110 °C po dobu nezbytnou k podstatnému ukončení reakce a získání dialkylchinolin-2,3-dikarboxylátu, který se potom hydrolyzuje.

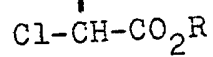
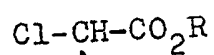
Jako organické kyseliny se výhodně použije kyseliny octové, jako dichlorsukcinátu se výhodně použije dichlorsukcinátu obecného vzorce I, ve kterém R znamená ethylovou skupinu, jako aminu obecného vzorce II se výhodně použije diethylaminu nebo morfolinu a jako inertního organického rozpouštědla se s výhodou použije chlorovaného uhlovodíku, chlorovaného aromatického uhlovodíku, aromatického uhlovodíku nebo jejich směsi.

Jako inertního organického rozpouštědla se výhodně použije ethylendichloridu, monochlorbenzenu, toluenu nebo jejich směsi.

Reakce dichlorsukcinátu obecného vzorce I s aminem obecného vzorce II a reakce směsi alkylaminomaleátu nebo alkylaminofumarátu obecného vzorce IIIa a chloraminosukcinátu obecného vzorce IIIb s anilinem se provádí při teplotě 75 až 85 °C po dobu 2 až 9 hodin.

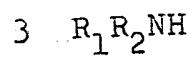
Popsané reakce mohou být ilustrovány následujícími reakčními schématy IIa až IIc.

Reakční schéma IIa

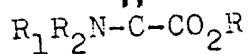
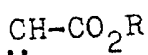


(I)

+

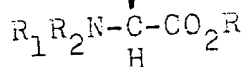
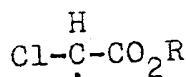


(II)



(IIIa)

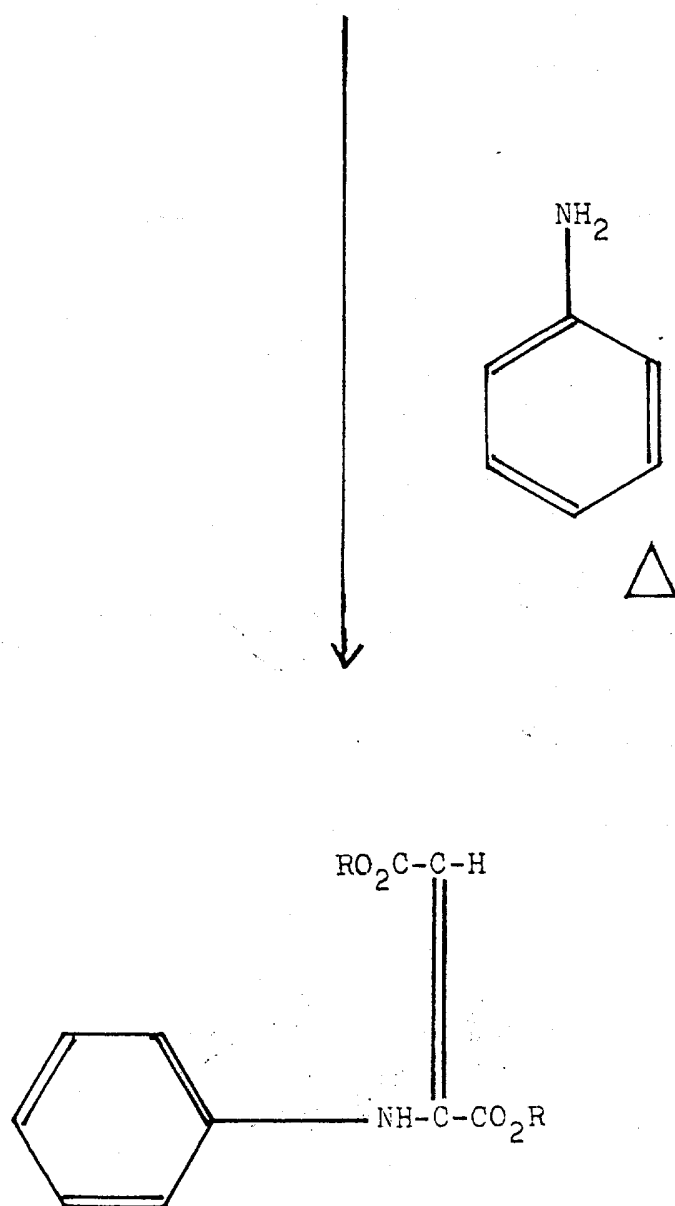
+



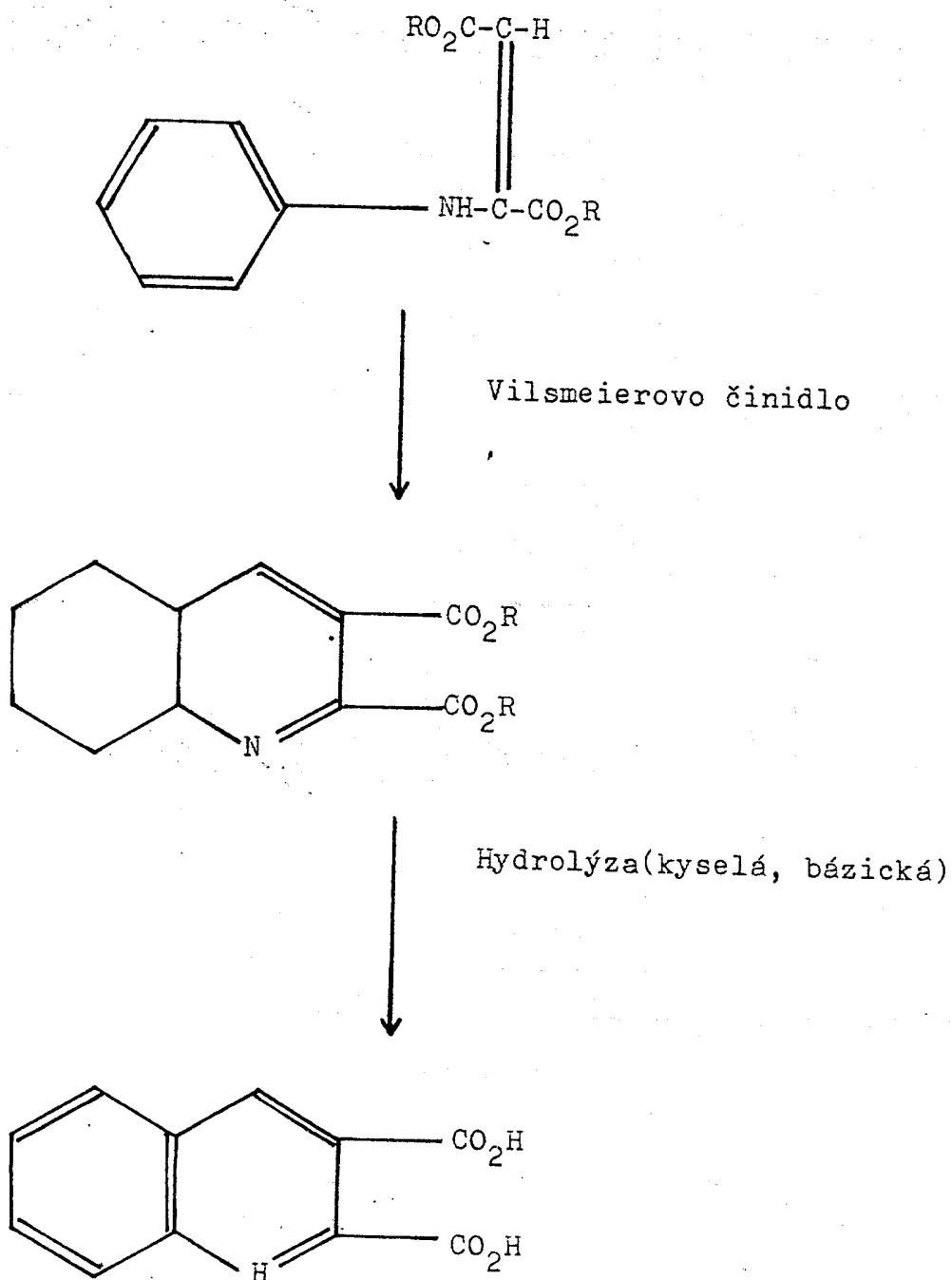
(IIIb)

Reakční schéma IIb

Sloučeniny IIIa + IIIb



Reakční schéma IIc



Ve výše uvedených reakčních schématech IIa až IIc mají R , R_1 a R_2 výše uvedený význam.

S překvapením bylo zjištěno, že diethylanilinofumarát nebo diethyloxalacetát a kyselina chinolin-2,3-dikarboxylová se způsobem podle vynálezu připraví ve vysokých výtěžcích.

V souladu se způsobem podle vynálezu se například diethyldichlorsukcinát, který může být připraven například methodou popsanou v japonském patentu 71 21,564, uvede v reakci se 3 molárními ekvivalenty diethylaminu v toluenu při teplotě 80 až 85 °C po dobu 7 hodin a potom ještě při teplotě zpětného toku po dobu 3 hodin. Reakční směs se ochladí na teplotu místnosti a promyje vodou, načež se z ní odpaří rozpouštědlo k získání produktů vzorců IIIa a IIIb (v poměru rovném IIIa/IIIb = 7,5/1), ve kterých R_1 a R_2 každý znamená ethylovou skupinu.

Vhodnými rozpouštědly pro reakci dichlorsukcinátů s aminy vzorce II jsou uhlovodíky, aromatické uhlovodíky, halogenované uhlovodíky a aromatické uhlovodíky.

Diethylanilinofumarát se potom připraví přidáním molárního ekvivalentu anilinu k toluenovému roztoku

(20 ml) směsi sloučenin vzorců IIIa a IIIb, připravené výše uvedeným způsobem, obsahujícímu 5 molárních ekvivalentů kyseliny octové. Reakční směs se potom míchá při teplotě 80 až 85 °C po dobu 4 hodin.

Produkt se izoluje po ochlazení reakční směsi na teplotu místnosti a promytí organického roztoku vodou a potom zředěným roztokem kyseliny chlorovodíkové a následném odpaření rozpouštědla ve výtěžku 85 až 90 %.

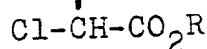
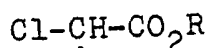
Vhodnými rozpouštědly pro reakci anilinu se sloučeninami vzorců IIIa a IIIb jsou uhlovodíky, aromatické uhlovodíky, halogenované uhlovodíky a aromatické uhlovodíky.

Dále bylo zjištěno, že i když se výše uvedená reakce provádí v nepřítomnosti organické kyseliny, dosáhne se významně vyšších výtěžků anilino fumarátu, jestliže se tato reakce provádí v přítomnosti organické kyseliny, jako například v přítomnosti kyseliny octové nebo kyseliny propionové. Tak se například v přítomnosti kyseliny octové dosáhne 80 až 90% výtěžku požadovaného produktu již po 4 hodinách, zatímco v nepřítomnosti organické kyseliny se po 10-hodinovém zahřívání reakčních složek na teplotu zpětného toku dosáhne pouze 40% výtěžku anilino fumarátu.

Alternativně mohou být anilino fumarát a kyselina chinolin-2,3-dikarboxylová, jakož i její estery připraveny metodou (tato metoda je popsána v popise vynálezu k čs. 279234 patentu ~~279234~~.....)

(PV 4253-89) zahrnující reakci dichlorsukcinátu obecného

vzorce I



(I) /

ve kterém R znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4, s molárním ekvivalentem anilinu a alespoň dvěma molárními ekvivalenty vodné báze v přítomnosti katalyzátoru fázového přechodu v organickém rozpouštědle při teplotě asi 20 až 90 °C po dobu 1 až 24 hodin a izolací takto vytvořeného anilino fumarátu.

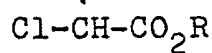
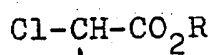
Kyselina chinolin-2,3-dikarboxylová se potom připraví z takto vytvořeného anilino fumarátu reakcí anilino fumarátu s ekvimolárním množstvím Vilsmeierova činidla

(imoniová sůl) v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla, jakým je například toluen, nebo chlorovaného uhlovodíkového rozpouštědla, jakým je například methylenchlorid, dichlorethan, ortodichlorbenzen, chlorbenzen nebo jejich směs, při teplotě asi 40 až 130 °C po dobu dostatečnou k podstatnému ukončení reakce a získání dialkylchinolin-2,3-dikarboxylátu.

Tento chinolin-2,3-dikarboxylát se hydrolyzuje buď za kyselých nebo zásaditých podmínek k získání chinolin-2,3-dikarboxylové kyseliny.

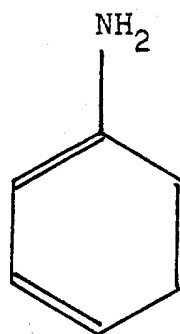
Výše uvedené reakce mohou být ilustrovány následujícími reakčními schématy IIIa a IIIb.

Reakční schéma IIIa



dichlorsukcinát

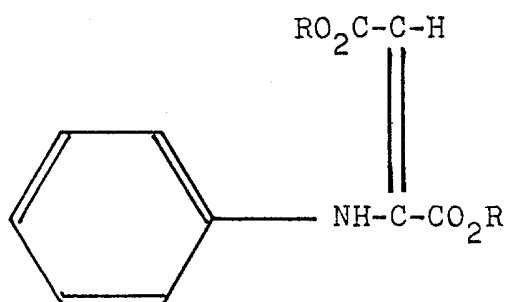
+



anilin

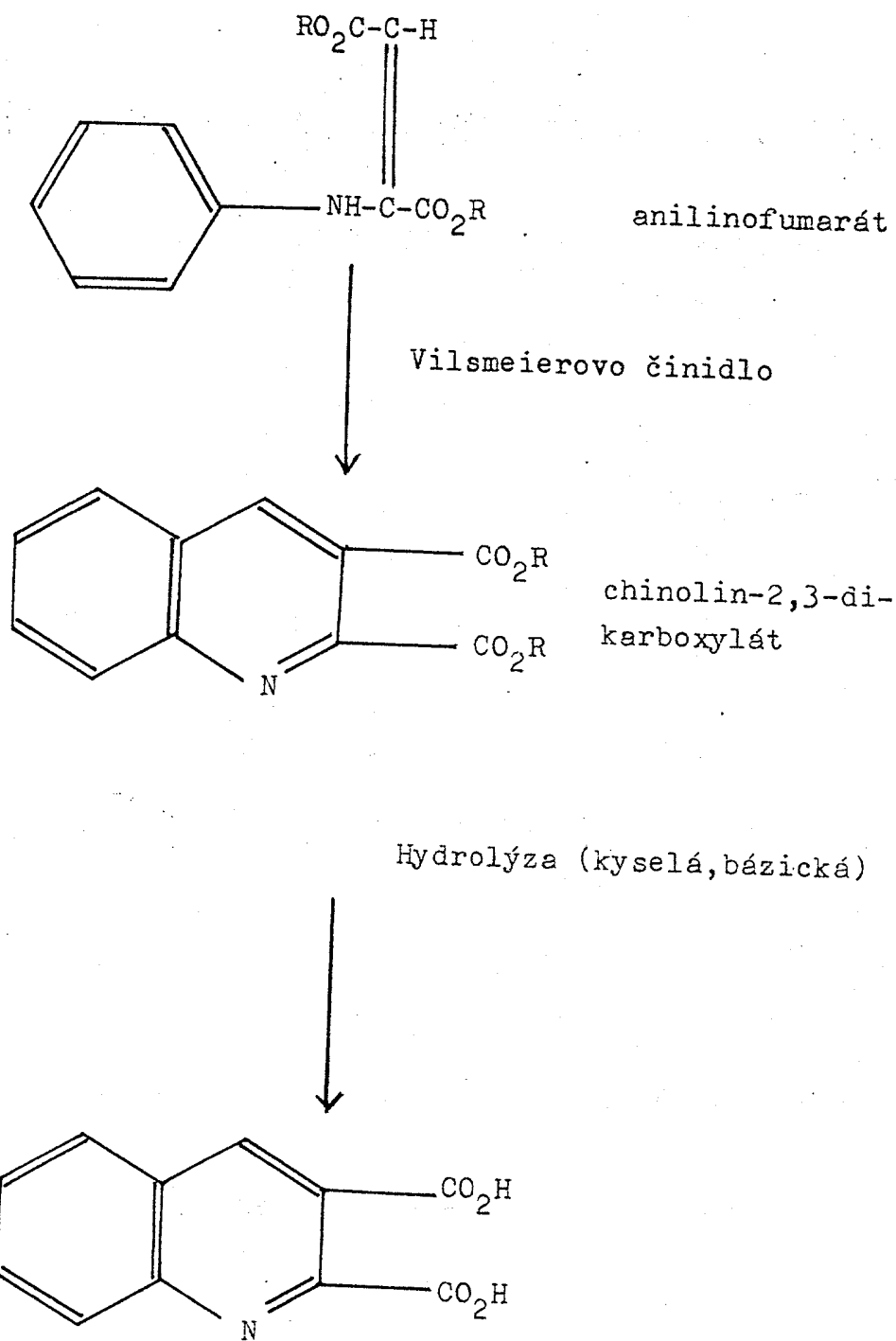
Inertní
rozpouštědlo

Vodná
báze
PTC



anilino fumarát

Reakční schéma IIIb



kyselina chinolin-2,3-dikarboxylová

Ve výše uvedených reakčních schématech má R výše uvedený význam.

Takto se například diethyldichlorsukcinát (0,01 molu) v monochlorbenzenu uvede v reakci s anilinem (0,01 molu) mícháním reakční směsi v přítomnosti 0,3 molárního ekvivalentu vodného roztoku hydroxidu sodného (33% NaOH objemově) a katalytického množství (5 mol.%) tetrabutylamoniumchloridu při teplotě 75 až 80 °C po dobu 2 hodin a 30 minut.

Takto vytvořený anilino fumarát se snadno izoluje přidáním vody, promytím organické vrstvy, oddělením organické fáze a odstraněním rozpouštědla.

Vhodnými vodnými bázemi pro přípravu anilino fumarátu jsou hydroxid sodný, hydroxid draselný, uhličitán sodný, uhličitán draselný, hydrogenuhličitán sodný a hydrogenuhličitán draselný o koncentraci 15 až 50 % hmotnosti v množství dostatečném k poskytnutí asi 2 molárních ekvivalentů dostupné báze, přičemž výše uvedené báze se s výhodou používají v množství 1 až 3 molárních ekvivalentů. Uhličitany se používají v množství asi 1 až 3 molárních ekvivalentů a hydroxidy a hydrogenuhličitany se používají v množství asi 2 až 3 molárních ekvivalentů.

Pokud jde o katalyzátory fázového přechodu na bázi kvartérních amoniových solí, vykazují kvartérní amoniové solí, jako například tetrabutylamoniumchlorid a benzyltriethylamoniumchlorid, požadovaný účinek již v množstvích 0,05 molárního ekvivalentu. Rovněž je výhodná přítomnost ostatních činidel schopných katalyzovat dvoufázové reakce a vykazujících nezbytnou stabilitu za podmínek reakce podle vynálezu.

Použití 1,1 až 3 molárních ekvivalentů 15 až 50% vodného roztoku uhličitanu sodného nebo uhličitanu draselného, s výhodou ve spojení s použitím 2 až 10 mol.% trikapryrilmethylamoniumchloridu nebo tributylmethylamoniumchloridu má za následek zvýšený výtěžek anilino-fumarátu.

Vhodnými organickými rozpouštědly jsou rozpouštědla, která jsou inertní za použitých reakčních podmínek; těmito rozpouštědly jsou uhlovodíky, aromatické uhlovodíky a jejich chlorované deriváty, přičemž s výhodou se použije chlorovaných aromatických uhlovodíků, jako například chlorbenzenu, a aromatických rozpouštědel, jako například toluenu.

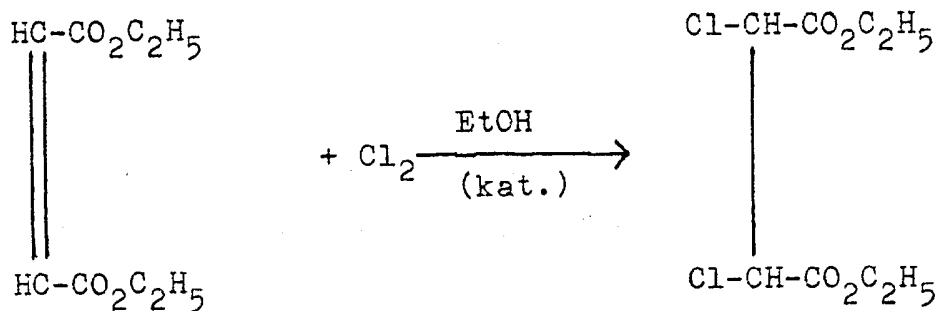
Reakce probíhá různou rychlostí při teplotách

asi 20 až 90 °C, přičemž výhodnou teplotou je teplota 20 až 85 °C a nejvýhodnější teplotou je teplota 20 až 80 °C.

Způsob podle vynálezu je v následující části popisu blíže objasněn konkrétními příklady jeho provedení, přičemž tyto příklady mají pouze ilustrativní charakter a rozsah vynález nikterak neomezuje.

Příklad 1

Příprava dichlorsukcinátu

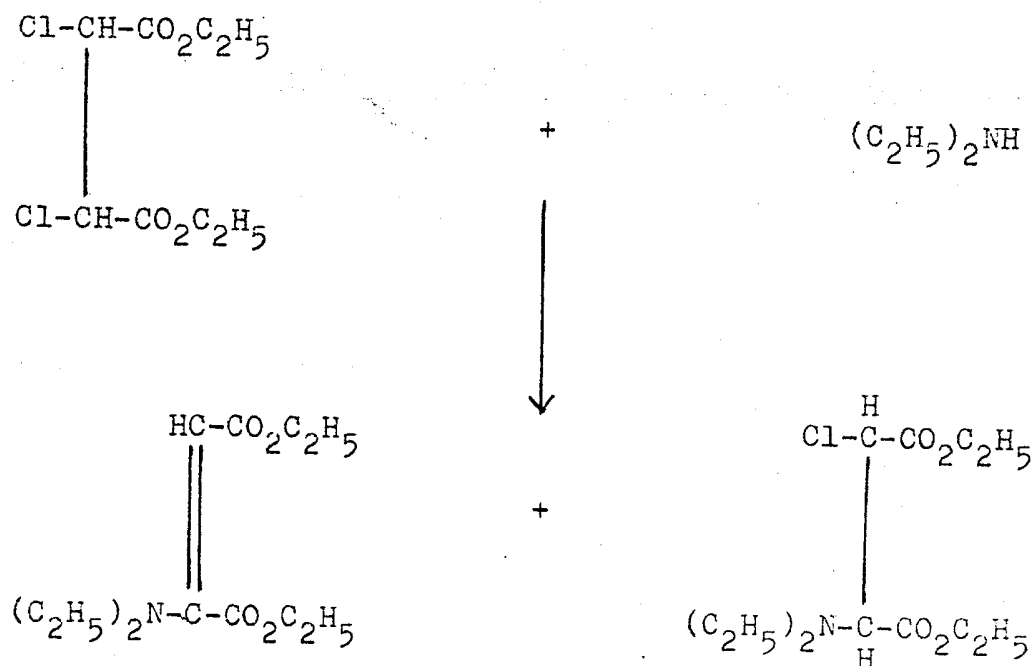


Ethylendichloridovým roztokem diethylmaleátu obsa-

hujícím ethanol (0,1 molárního ekvivalentu) se probublává plyný chlor. Po míchání směsi při teplotě místnosti po dobu 8 hodin se směs proplachuje dusíkem po dobu 5 minut a potom se z ní oddestiluje rozpouštědlo za sníženého tlaku k získání dichlorsukcinátu ve výtěžku 94 %.

Příklad 2

Příprava diethyl-diethylaminomaleátu a diethyl-2-chlor-3-diethylaminosukcinátu

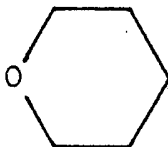
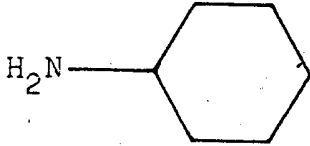


Diethylamin (2,41 g, 0,033 molu) se po kapkách přidá k míchanému roztoku diethyldichlorsukcinátu (2,59 g, 0,01 molu) v toluenu (15 ml). Rezultující směs se potom zahřívá na teplotu 80 až 90 °C po dobu 8 hodin a dále ještě na teplotu zpětného toku po dobu 3 hodin. Po ochlazení směsi na teplotu místnosti se směs promyje vodou (15 ml) a toluenová vrstva se oddělí a dpaří za sníženého tlaku k získání 2,07 g (85 %) směsi diethyl-diethyl-aminomaleátu a diethyl-2-chlor-3-diethylaminosukcinátu v poměru maleátu k sukcinátu rovném 7,5/1.

Příklady 3 až 5

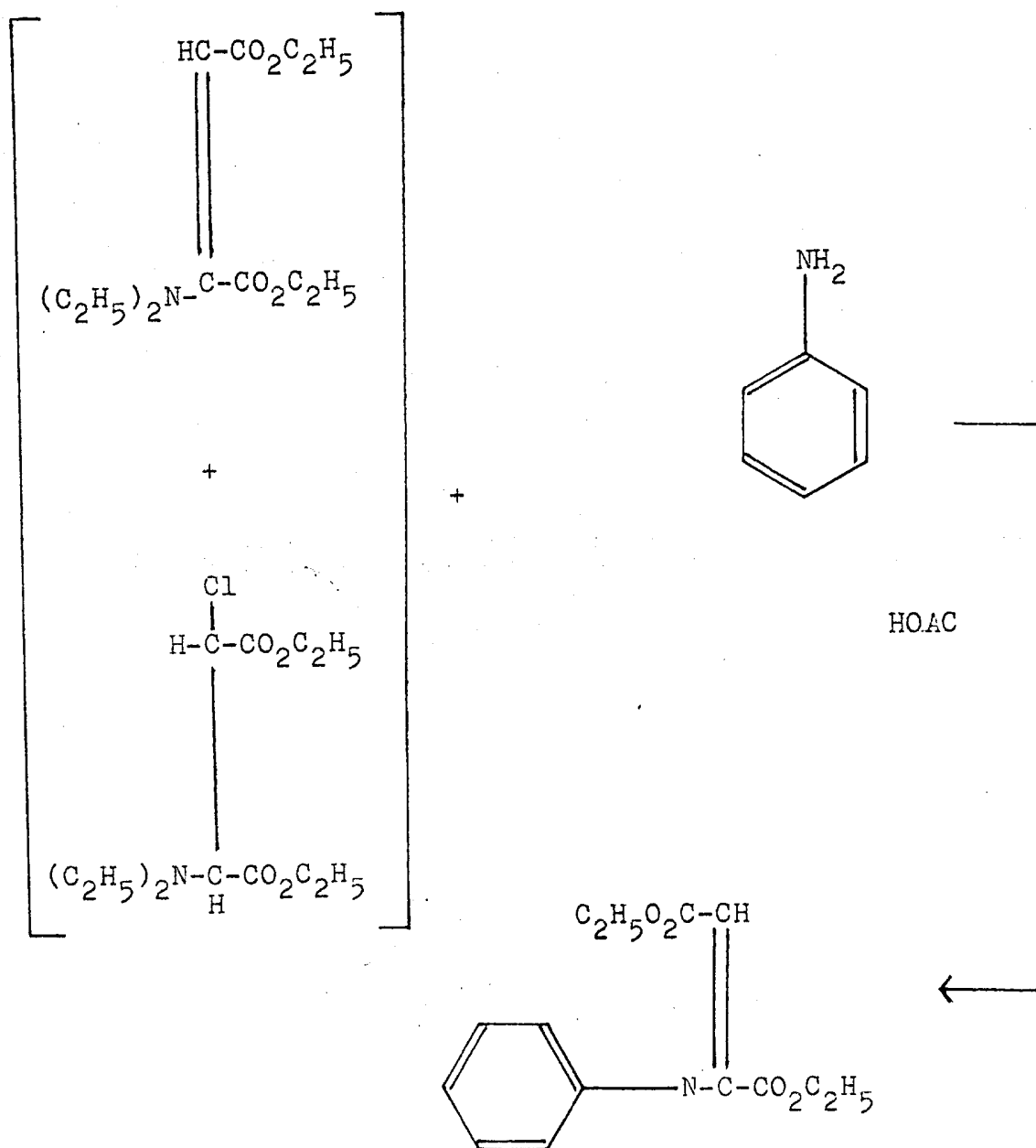
Použitím postupu podle příkladu 2 a nahražením diethylaminu vhodným aminem se získají v příkladech 3 až 5 produkty uvedené v následující tabulce I.

Tabulka I

Příklad	Amin	Výtěžek (maleát + sukcinát) (%)	Poměr maleátu k sukcinátu
3		86	4:1
4	$\text{HNC}_4\text{H}_9\text{n}$	44 (fumarát)	-
5		52 (fumarát)	-

Příklad 6

Příprava diethylanilino fumarátu



Anilin (0,93 g, 0,01 molu) se přidá k toluenovému roztoku (20 ml) kyseliny octové (3 g, 0,05 molu) a směsi diethyl-diethylaminomaleátu a diethyl-2-chlor-3-diethyl-aminosukcinátu, připravené ve výše uvedeném příkladu 2. Rezultující roztok se zahřívá na teplotu 80 až 85 °C po dobu 4 hodin. Po ochlazení reakční směsi na teplotu místnosti se směs promyje vodou (10 ml) a potom vodným roztokem kyseliny chlorovodíkové (12% objemově, 2 ml).

Analýza rezultujícího toluenového roztoku plynovou chromatografií a izolace produktu poskytují celkový výtěžek reakce vycházející z diethylmaleátu rovný 69 %.

Příklady 7 až 9

Použitím postupu podle příkladu 6 a směsi alkylaminomaleátu a chloralkylaminosukcinátu získaných v příkladech 3 až 5 se dosáhne výtěžků anilino fumarátu, vztažených na výchozí diethylmaleát, uvedených v následující tabulce II.

Tabulka II

Příklad	Výchozí materiál z příkladu č.	Výtěžek sekvence vycházející z di- ethylmaleátu nebo diethylfumarátu (%)
7	3	67
8	4	38
9	5	45

Příklad 10

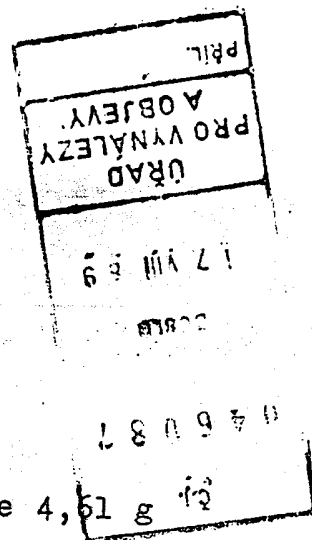
Příprava kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové

Vilsmeierovo činidlo se připraví tak, že se 4,61 g (0,03 molu) POCl_3 po kapkách přidá k roztoku 2,19 g (0,03 molu) dimethylformamidu ve 12 ml toluenu, přičemž se teplota reakční směsi udržuje v rozmezí teplot 20 až 30 °C.

Obě vrstvy se míchají při teplotě 20 až 30 °C po dobu 60 minut, načež se k ním po kapkách přidá roztok 5,26 g (0,02 molu) diethylanilinofumarátu, připraveného postupem podle výše uvedeného příkladu 6, ve 40 ml toluenu, přičemž se udržuje teplota 20 až 30 °C.

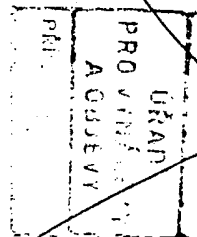
Roztok, který se vytvoří po dvouhodinovém zahřívání na teplotu zpětného toku, se ochladí do té míry, že ustane zpětný tok, načež se nalije do 60 ml vody. Vysrážený temný syropovitý precipitát se po 30-minutovém míchání při teplotě místnosti rozpustí.

Analýza získaného toluenového roztoku plynovou chromatografií poskytne výtěžek 72 %. Odpařením diesterového roztoku se získá nízkotající olejovitý produkt, který po rekrystalizaci z isopropylalkoholu poskytne

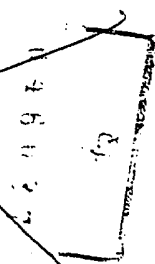


4,05 g žlutohnědého tuhého produktu, tajícího při teplotě 53 až 56 °C.

Dvě fáze, které vzniknou ze 4,1 g (0,015 molu) diesteru ve 25 ml toluenu a 16 ml 15% NaOH, se zahřívají za intenzivního míchání na teplotu zpětného toku po dobu 8 hodin. Obě fáze se potom ochladí na teplotu 50 až 55 °C a zředí 20 ml vody. Vodná fáze se oddělí a po kapkách přidá k 11 ml 35% H₂SO₄, přičemž se udržuje teplota nižší než 40 °C; rezultující hustá směs se zfiltruje a oddělený pevný podíl se suší přes noc při teplotě 60 °C a tlaku 3,9 až 6,6 kPa k získání 3,19 g kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové.

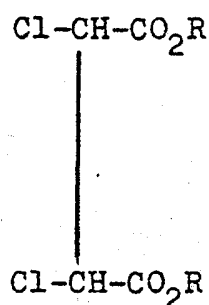


17. 11. 9



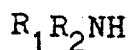
PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy anilino fumarátu a od něho odvozené kyseliny chinolin-2,3-dikarboxylové, vyznačený tím, že se uvede v reakci dichlorsukcinát obecného vzorce I



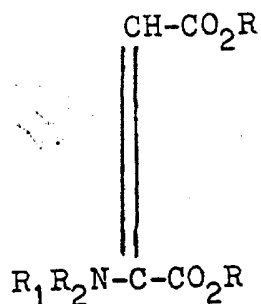
/I/

ve kterém R znamená alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 4, s 3 molárními ekvivalenty aminu obecného vzorce II

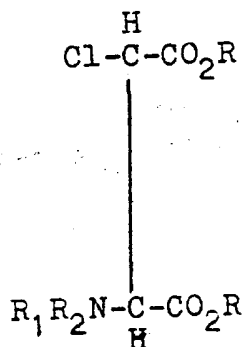


/II/

ve kterém R_1 a R_2 znamenají atom vodíku nebo alkylovou skupinu s celkovým počtem atomů uhlíku 1 až 6, za předpokladu, že pouze jeden z R_1 nebo R_2 znamená vodík, nebo R_1 a R_2 společně s atomem dusíku, ke kterému jsou vázány, znamenají ^{5-nebo} ~~6-nebo~~ 6-členný kruh obsahující nejvýše 2 heteroatomy ze skupiny zahrnující kyslík nebo dusík, v inertním organickém rozpouštědle při teplotě vymezené teplotou 25 °C a teplotou zpětného toku po dobu 1 až 24 hodin, načež se rezultující směs alkylaminomaleátu nebo alkylaminofumarátu obecného vzorce IIIa a chlormaminosukcinátu obecného vzorce IIIb



/IIIa/



/IIIb/

kde R, R₁ a R₂ mají výše uvedený význam pro obecný vzorec I a II, uveďte v reakci s molárním ekvivalentem anilinu v inertním organickém rozpouštědle obsahujícím organickou kyselinu obsahující 2 až 4 atomy uhlíku při teplotě 25 až 90 °C po dobu 1 až 24 hodin, načež se takto vytvořený anilinfumarát případně uveďte v reakci s ekvimolárním množstvím Vilsmeierova činidla v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla nebo chlorovaného uhlovodíkového rozpouštědla při teplotě 40 až 110 °C po dobu nezbytnou k podstatnému ukončení reakce ^{za vzniku} ~~a získání~~ dialkylchinolin-2,3-dikarboxylátu, který se potom hydrolyzuje *na kyselinu chinolin-2,3-dikarboxylovou.*

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako organická kyselina použije kyselina octová, jako dichlorsukcinátu se použije dichlorsukcinátu obecného vzorce I, ve kterém R znamená ethylovou skupinu, jako aminu obecného vzorce II se použije diethylaminu nebo ⁹ ~~methyl~~folinu a jako inertní organické rozpouštědlo se použije chlorovaný uhlovodík, chlorovaný aromatický uhlovodík, aromatický uhlovodík nebo jejich směs.

3. Způsob podle bodu 2, vyznačený tím, že se jako inert-

ní organické rozpouštědlo použije ethylendichlorid, monochlorbenzen, toluen nebo jejich směs.

4. Způsob podle bodu 3, vyznačený tím, že se reakce dichlorsukcinátu obecného vzorce I s aminem obecného vzorce II a reakce směsi alkylaminomaleátu nebo alkylaminofumarátu obecného vzorce IIIa a chloraminosukcinátu obecného vzorce IIIb s anilinem provádí při teplotě 75 až 85 °C po dobu 2 až 9 hodin.

~~Zastupuje:~~