

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

264 833

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>

C 07 C 101/08



FEDERÁLNÍ ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY

(22) Prihlášené 05 02 87

(21) PV 731-87.W

(40) Zverejnené 15 12 88

(45) Vydané 15 12 89

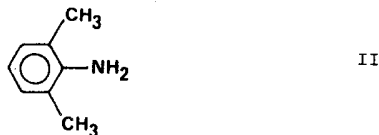
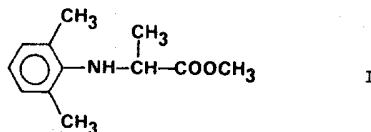
(75)

Autor vynálezu

GVOZDJAKOVÁ ANNA doc. RNDr. CSc., MIKULÁŠEK SLAVOJ doc. ing. CSc.,  
KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc., BRATISLAVA

## (54) Spôsob prípravy metylesteru N-(2,6-dimetylfenyl)alanínu

(57) Riešením je spôsob prípravy metylesteru N-(2,6-dimetylfenyl)alanínu vzorca I reakciou medzi N-(2,6-dimetyl)anilínom vzorca II s metylesterom kyseliny 1-brompropionovej vzorca III v prostredí dioxánu pri teplote 100 až 180 °C.

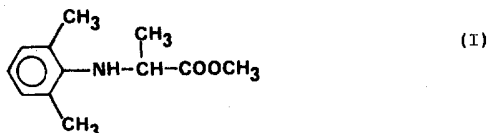


Predmetom vynálezu je spôsob prípravy metylesteru N-(2,4-dimetylfenyl)alanínu. Pre svoje pesticídne a analgetické vlastnosti má široké uplatnenie v praxi. V literatúre popísané syntézy sa uskutočňujú za vákuua, alebo sú katalyzované kvartérnymi soľami. Reakcie sa uskutočňujú v rozpúšťadle (najmä dimetylformamide), alebo bez rozpúšťadla. (Hubele A., švajčiarsky patent č. 609 964; Grieder A., US patent č. 4 260 782; Grieder A., Coers Klaus, US patent č. 4 266 071; Angelo-Larizza, Adriano-Pallegrino Gazz. Chim. ital. 89, 2 018 (1959); Grieder A., US patent č. 4 267 356; Chau D. CH. US patent č. 4 096 167; Hubele A., švajčiarsky patent č. 617 567; Simonov V. D. Savin B. P., SSSR AO č. 472 126; Fabini Paul Maurice Pierre, Fr. patent č. 207 785; Ciba-Geigy A. G., poľský patent č. 104 373, Lunkenheimer W. a kol. cur. patent č. 17 110).

Význam vynálezu spočíva v tom, že reakcia nevyžaduje jednocelové technologické zariadenie, uskutočňuje sa v univerzálnej aparatúre a časove je nenáročná, rozvíja kvalifikovanú chémiu na báze 2,6-dialkylanilínu, ktorý sa využíva v poľnohospodárskych ochranných prípravkoch.

Zlúčenina podľa vynálezu je využiteľná na prípravu vysokoúčinných herbicídnych prípravkov samostatne, alebo v zmesi s inými zlúčeninami, alebo ako medziprodukt pre ďalšiu syntézu.

Teraz sme zistili, že látka vzorca I



sa pripravuje spôsobom, ktorý spočíva v reakcii 2,6-dimetylanilínu s metylesterom kyseliny alfa-brómpropionovej v prostredí dioxánu pri 150 °C až 160 °C za dobu 90 až 100 minút.

Nasledujúci príklad bližšie osvetľuje, ale nijako neobmedzuje prípravu zlúčeniny podľa vynálezu.

#### P r í k l a d

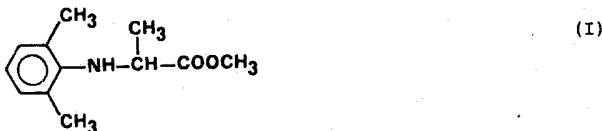
##### Metylester N-(2,6-dimetylfenyl)anilínu

Do olejového kúpeľa, vyhriateho na 160 °C sa vloží banka, opatrená spätným chladičom, obsahujúca 0,12 mólu (14,4 cm<sup>3</sup>) 2,6-dimetylanilínu. Po vyrovnaní teploty prikvapká sa zmes 0,06 mólu (8 cm<sup>3</sup>) alfa-brómpropionanu metylového s 0,01 mólu (6 cm<sup>3</sup>) dioxánu. Reakčná zmes sa udržiava pri 150 °C až 160 °C za 90 až 100 minút. Po ochladení reakčnej zmesi na 30 °C pridá sa 15 cm<sup>3</sup> benzénu. Vylúčené kryštáliky sa odsajú a filtrát sa dvakrát vytrepe po 50 cm<sup>3</sup> vody. Organická vrstva sa čistí pomocou stĺpcovej chromatografie (silikagel). Eluačné činidlo je benzén. Po vákuovom oddestilovaní rozpúšťadla, destiluje reakčný produkt pri 98 °C až 100 °C/0,5 kPa. Výťažok 13,1 g (95,7 %).

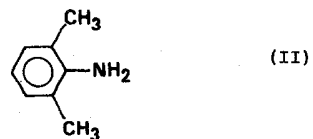
Analýza pre C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>2</sub>: vypočteno: 69,53 % C, 8,26 % H, 6,59 % N;  
nalezeno: 69,00 % C, 8,79 % H, 6,75 % N.

#### P R E D M E T V Y N Á L E Z U

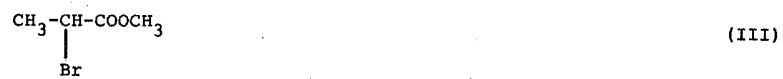
1. Spôsob prípravy metylesteru N-(2,6-dimetylfenyl)alanínu vzorca I



vyznačený tým, že sa nechá reagovať N-(2,6-dimetyl)anilín vzorca II



s metylesterom kyseliny alfa-brómpropiónovej vzorca III



v molárnom pomere 0,6 až 1,5 v prostredí dioxánu pri teplote 100 °C až 180 °C po dobu 1 až 2 hodiny.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa reakcia uskutočňuje po dobu 90 minút až 120 minút pri teplote 150 °C až 180 °C.