



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 860694

(61) Дополнительный к патенту —  
(22) Заявлено 16.01.78 (21) 2566402/23-04  
(23) Приоритет — (32) 21.01.77  
(31) P27023729 (33) ФРГ

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

C 07 C 125/06//  
A 01 N 47/10

Опубликовано 30.08.81. Бюллетень № 32

(53) УДК 547.495.  
.1.07  
(088.8)

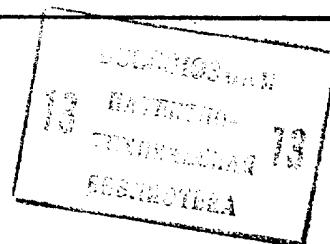
Дата опубликования описания 30.08.81

(72) Авторы  
изобретения

Иностранцы  
Кристиан Райтель, Карл-Гейнц Кениг  
и Дитрих Мангольд  
(ФРГ)

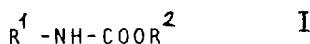
(71) Заявитель

Иностранная фирма  
"БАСФ АГ"  
(ФРГ)



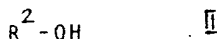
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ N-АЛКИЛКАРБАМАТОВ

Изобретение относится к способу получения известных соединений с пестицидными свойствами, в частности к способу получения N-алкилкарбаматов общей формулы:

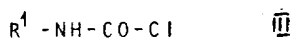


где  $R^1$  - алкил  $C_1-C_4$ ;  
 $R^2$  - алкил  $C_5-C_{12}$ , не замещенный или замещенный феноксигруппой, или фенил и нафтил, не замещенные или однократно или двукратно замещенные алкилом  $C_1-C_4$ , алкоксилем  $C_1-C_2$ , диалкил  $C_1-C_2$ -аминогруппой, или метилтиогруппой, или галоидом.

Известен способ получения N-алкилкарбаматов общей формулы I взаимодействием гидроксильного соединения общей формулы



где  $R^2$  имеет вышеуказанное значение, с хлорангидридом карбаминовой кислоты общей формулы



где  $R^1$  имеет вышеуказанное значение, при 20-45°C в среде инертного раство-

рителя с последующим выделением целевого продукта. Выделяющийся во время реакции хлористый водород удаляют пропусканьем инертного газа. Выход целевого продукта составляет 90-100% [1].

Недостатком известного способа является продолжительность реакции, которая составляет по крайней мере 15 ч.

Цель изобретения - интенсификация процесса.

Поставленная цель достигается способом получения N-алкилкарбаматов общей формулы I, который заключается во взаимодействии гидроксильного соединения общей формулы II с хлорангидридом карбаминовой кислоты общей формулы III в расплаве при 60-150°C.

При этом сокращается продолжительность процесса до 1 ч.

Пример 1. Получение 2-изопропил-фенил-N-метилкарбамата.

К расплаву 1 моля 2-изопропил-фенола добавляют 1 моль хлорангидрида N-метилкарбаминовой кислоты при 95°C в течение 30 мин. По окончании реакции перемешивают еще 30 мин.

Получают 187 г 2-изопропилфенил-N-метилкарбамата с т.пл. 91°C, что соответствует выходу 97% в пересчете на 2-изопропилфенол.

Пример 2. Получение 3,5-диэтилфенил-N-метилкарбамата.

К расплаву 1 моля 3,5-диэтилфенола, который поддерживают при 100°C, добавляют 1,05 моль хлорангидрида N-метилкарбаминовой кислоты в течение 30 мин. При этом одновременно подают азот. По окончании реакции (10 мин) перемешивают еще 30 мин и

перегонкой удаляют избыток хлорангидрида N-метилкарбаминовой кислоты.

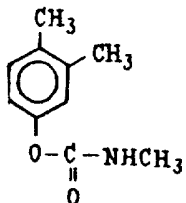
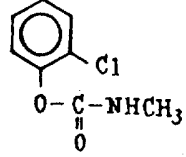
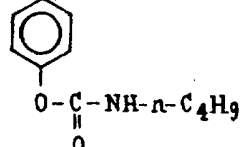
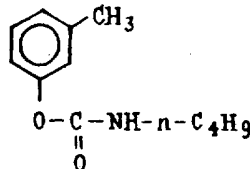
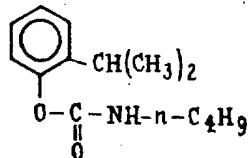
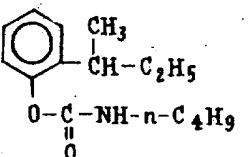
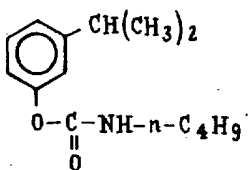
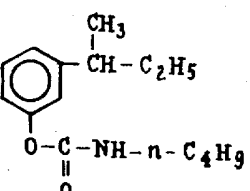
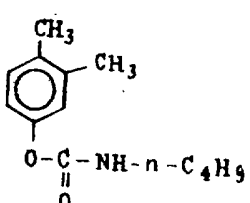
Получают 158 г 3,5-диэтилфенилметилкарбамата с т.пл. 101°C, что соответствует выходу 99%.

5 Пример 3. Повторяют пример 2 с той разницей, что реакцию проводят при 150°C в течение 20 мин. Получают 158,5 г 3,5-диэтилфенилкарбамата с т.пл. 101°C, что соответствует выходу 99,3%.

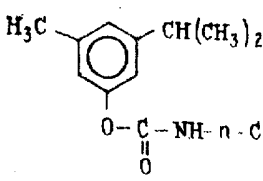
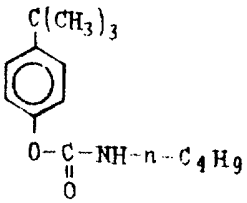
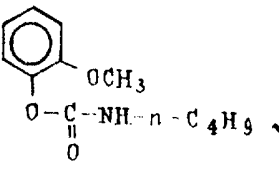
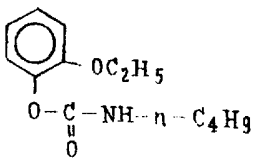
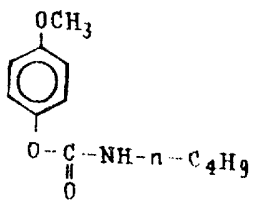
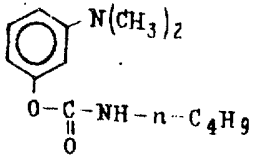
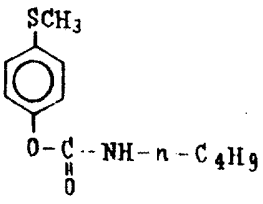
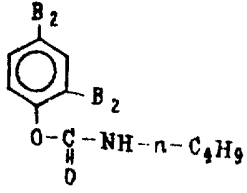
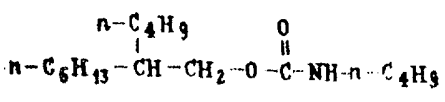
10 Аналогично примерам 1-3 получают соединения, приведенные в таблице.

Карбамат	Мольное соотношение реагентов I:II:III	Температура реакции, °C	Выход в пересчете на гидроксильное соединение, %	Общая продолжительность процесса, мин	Т.пл. целевого продукта, D <sup>25</sup> , °C
1	2	3	4	5	6
	1:1,1	70	97	85	28-30
	1:1,1	70	99	85	74-76
	1:1,1	75	100	85	92
	1:1,1	70	100	85	93
	1:1,1	80	95	75	Т.кип. 44
	1:1,1	110	95	55	142
	1:1,1	90	98	65	80-82

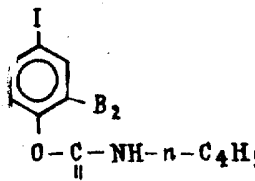
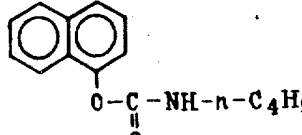
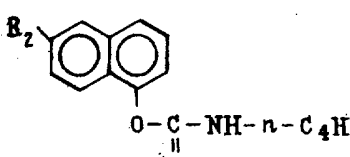
Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6
	1:1,1	90	99,5	65	78-80
	1:1,1	70	98,5	85	88
	1,5:1	80	99	80	42
	1:1,1	60	95	100	34
	1:1,1	70	94	90	1,4958
	1:1,1	70	91	85	1,4986
	1:1,1	75	92	80	1,5017
	1:1,1	60	90	95	0 <sup>30</sup> 1,4974
	1:1,1	90	97	70	63

Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6
	1:1,1	90	95	70	1,4997
	1:1,3	110	96	60	71-73
	1:1,2	70	96	90	1,5153
	1:1,2	70	94	90	1,5102
	1:1,3	130	99	45	87-89
	1:1,1	130	98	50	82-85
	1:1,1	100	90	60	54
	1:1,1	150	93	40	105
	2:1	60	99	100	23 D 1,4515

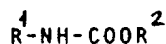
Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6
	1,2:1	150	94	40	156
	1:1,1	130	100	50	75
	1,2:1	150	98	50	168-171

Таким образом, предлагаемый процесс позволяет сократить время реакции более чем в 10 раз.

Формула изобретения

Способ получения N-алкилкарбаматов общей формулы I

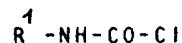


где  $R^1$  - алкил  $C_1-C_4$ ;  
 $R^2$  - алкил  $C_5-C_{12}$ , не замещенный или замещенный феноксигруппой, или фенил и нафтил, не замещенные или однократно или двукратно замещенные алкилом  $C_1-C_4$ , алкоксилем  $C_1-C_2$ , диалкил  $C_1-C_2$ -аминогруппой или метилтиогруппой, или галоидом,

взаимодействием гидроксильного соединения общей формулы II



30 где  $R^1$  - имеет вышеуказанное значение, с хлорангидридом карбаминовой кислоты общей формулы III



35 где  $R^1$  - имеет вышеуказанное значение, отличающийся тем, что, с целью интенсификации процесса, взаимодействие осуществляют в расплаве при  $60-150^\circ C$ .

40 Источники информации, принятые во внимание при экспертизе  
 1. Патент ФРГ № 1468496, кл. С 07 С 125/06, опублик. 1971 (прототип).

Редактор Н. Кешеля      Составитель О. Оксинайд      Техред Т. Маточка      Корректор Н. Швыдка

Заказ 7595/32

Тираж 443

Подписное

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

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4