



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

195775
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 07 D 209/48

[22] Prihlásené 28 07 78
[21] (PV 5005-78)

[40] Zverejnené 31 05 79

[45] Vydané 15 05 82

[75]
Autor vynálezu POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob delenia zmesi chloridu draselného, ftalimidu draselného, ftalimidu, N-(cyklohexylthio)ftalimidu, prípadne s N-chlórftalimidom

1

Vynález sa týka spôsobu rozdelenia zmesi chloridu draselného, ftalimidu draselného, ftalimidu, N-(cyklohexylthio)ftalimidu, prípadne s N-chlórftalimidom a rozpúšťadla.

N-(cyklohexylthio)ftalimid je inhibítorom navulkanizácie pre prírodné a syntetické kaučuky, v prítomnosti bežne používaných urýchľovačov vulkanizácie sulfenamidového typu už v malých koncentráciách umožňuje dobrú spracovateľnosť a bezpečnosť zmesi tým, že predlžuje dobu spracovateľskej bezpečnosti v procese vulkanizácie kaučukov pri zachovaní vysokej rýchlosti vulkanizácie.

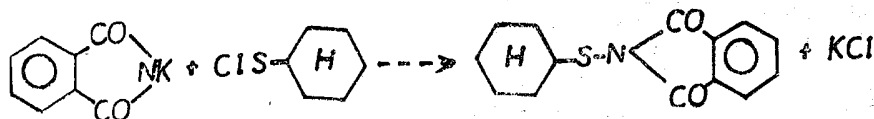
N-(cyklohexylthio)ftalimid sa pripravuje podľa čs. autorského osvedčenia č. 178 735 kondenzáciou ftalimidu draselného a cyklohexylsulfenylchloridu alebo podľa autorského osvedčenia č. 191 385 z ftalimidu draselného, dicyklohexyldisulfidu a chlóru v prostredí chloridu uhličitého, pričom sa volí mólový pomer medzi dicyklohexyldisulfidom

2

ku ftalimidu draselnému 1 ku 2 a ďalej sa privádza do zmesi roztok chlóru v mólovom pomere disulfidu ku chlóru 1 ku 1 pri teplote 5 až 30 °C počas 60 minút a ďalej sa ponechá reakčná zmes doreagovať za miešania pri teplote 20 až 60 °C počas 30 až 180 minút. N-(cyklohexylthio)ftalimid sa izoluje z reakčnej zmesi odfiltrovaním tuhej fázy obsahujúcej prevažne chlorid draselný a jej premytím čistým chloridom uhličitým, pričom z filtrátu po zahusťení sa zrážaním nepolárnym rozpúšťadlom izoluje N-(cyklohexylthio)ftalimid.

Tuhá fáza obsahujúca prevažne chlorid draselný, ktorá sa získa po ukončení kondenzácie filtráciou, sa podľa lit. ďalej nespracováva. Jej zloženie je variabilné v závislosti od reakčných technologických podmienok vedenia kondenzácie.

Obsahuje chlorid draselný, ktorý je reakčný produkt kondenzácie cyklohexylsulfenylchloridu a ftalimidu draselného



a prevláda v koncentrácii 20 až 43 % hmotnostných. Ďalšou zložkou tuhej fázy je ftalimid draselný ako nezreagovaná zložka kondenzácie, ktorý môže byť v používanom prostredí pri kondenzácii málo rozpustný, jeho koncentrácia v uvedenej zmesi je v rozmedzí 8 až 27 % hmotnostných. Okrem ftalimidu draselného tuhá fáza obsahuje i ftalimid, ktorý sa dostáva do reakčného systému už pred kondenzáciou ako nečistota suroviny — ftalimidu draselného, jeho koncentrácia je 1 až max. 9 % hmotnostných.

N-chlórfthalimid je ďalšou zložkou zmesi, ktorý sa často nachádza vo veľmi malých množstvách v uvedenej zmesi a vzniká ako vedľajší produkt kondenzácie. Jeho koncentrácia nepresiahla 0,3 % hmot. N-(cyklohexyltio)ftalimid, ktorý vzniká kondenzáciou ftalimidu draselného a cyklohexylsulfenylchloridu, by mal byť úplne rozpustený v používanom rozpúšťadle, časť produktu však sa vysrážala a prechádza do soli. Koncentrácia N-(cyklohexyltio)ftalimidu v zmesi tuhých látok je závislá od rozpustnosti v použitom rozpúšťadle, alebo v zmesi rozpúšťadiel. Podľa autorského osvedčenia č. 191 385 sa odstraňuje N-(cyklohexyltio)ftalimid z tejto zmesi premývaním čistým rozpúšťadlom, pričom prechádza do roztoku, odkiaľ sa izoluje zrážaním. Tuhá fáza po premytí čistým organickým rozpúšťadlom, obsahujúca chlorid sodný, ftalimid draselný, ftalimid, N-chlórfthalimid a nerozpustný N-(cyklohexyltio)ftalimid, sa ďalej nespracovála. Obsahuje i časť rozpúšťadla, ktorá ostáva vo forme vlhkosti v odfiltrovanom filtračnom koláči, jeho koncentrácia bola min. 5, max. 35 % hmotnostných.

Uvedené nevýhody odstraňuje spôsob delenia zmesi chloridu draselného, ftalimidu draselného, ftalimidu, N-(cyklohexyltio)ftalimidu, N-chlórfthalimidu a rozpúšťadla, ktorého podstatou je, že sa zmes obsahujúca horeuvedené zložky premyje vodou teploty 10 až 40 °C. Počas premývania vodou prechádza chlorid draselný a ftalimid draselný do roztoku a ftalimid, N-chlórfthalimid a N-(cyklohexyltio)ftalimid ostávajú v tuhej fáze. Do filtrátu sa vytesňujú i zbytky organického rozpúšťadla, v ktorom sa uskutočňovala kondenzácia a ktoré ostáva vo forme vlhkosti vo filtračnom koláči. Z filtrátu sa fázovo oddelí organické rozpúšťadlo, ktoré sa zberá, zhromažďuje, ďalej sa vysuší a po regenerácii sa použije opäť v technológii výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu. Ďalej sa tuhá fáza, získaná po premytí vodou, premýva roztokom hydroxidu draselného, pričom do roztoku prechádza ftalimid a N-chlórfthalimid vo forme ftalimidu draselného i chloridu draselného a získa sa tuhý N-(cyklohexyltio)ftalimid. Oba filtráty, roztoky získané z premývania zmesi vodou a z premývania roztokom hydroxidu draselného, sa spoja a v ďalšom sa do tohto roztoku pridáva kys. chlorovodíková, až do neutrálneho prostredia roztoku, pri-

čom dochádza k uprážňaniu ftalimidu, ktorý sa ďalej odfiltruje a získa sa roztok chloridu draselného.

Ftalimid sa po kryštalizácii používa opäť v technológii výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu.

Výhodou postupu je, že zo zmesi pozostávajúcej z chloridu draselného, ftalimidu draselného, ftalimidu, N-chlórfthalimidu a N-(cyklohexyltio)ftalimidu a časti organického rozpúšťadla sa premývaním vodou a ďalej premývaním roztokom hydroxidu draselného získa N-(cyklohexyltio)ftalimid, ktorý tvoril súčasť strát v odpadnej zmesi soli.

Ďalej sa regeneruje ftalimid z filtrátu získaného z premývania zmesi, ktorý sa opäť použije po jeho prečistení v technológii výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu.

Ďalšou výhodou je, že na neutralizáciu filtrátu sa môže použiť odpadná kyselina chlorovodíková, ktorá vzniká v technológii výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu v štádiu oxidácie cyklohexyltiolu chlórrom na dicyklohexyldisulfid, prípadne pri výrobe cyklohexylsulfenylchloridu priamou chloráciou cyklohexyltiolu, čím sa zúžitkovaná odpadná zložka technológie v stupni prípravy disulfidu pri izolácii a regenerácii ftalimidu.

Možnosť využitia vynálezu je v oblasti výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu.

Spôsob delenia podľa vynálezu ilustrujú príklady prevedenia, ktoré však nevyčerpávajú jeho rozsah, a nasledujúca schéma.

Príklad 1

Po kondenzácii cyklohexylsulfenylchloridu a ftalimidu draselného sa odfiltrovala tuhá fáza zloženia 7,8 g ftalimidu draselného, 16,64 g chloridu draselného, 2,6 g ftalimidu, 11,7 g N-(cyklohexyltio)ftalimidu a 21 g chloridu uhličitého. Uvedená zmes sa premývala za miešania vodou teploty 25 °C, pričom chlorid draselný i ftalimid draselný sa rozpúšťali do vodnej vrstvy. Súčasne sa vytesňoval chlorid uhčitý z tuhej fázy. Po ukončení premývania vodou sa z filtrátu po 2 h oddelia organická vrstva obsahujúca vlhký chlorid uhčitý. Tuhá fáza sa premývala ďalej 300 ml 3 % roztoku KOH, pričom sa rozpustil ftalimid do roztoku a na frite zostal vlhký N-(cyklohexyltio)ftalimid, ktorý sa ďalej vysušil. Získalo sa 11,2 g N-(cyklohexyltio)ftalimidu o t. t. 91 až 93 °C.

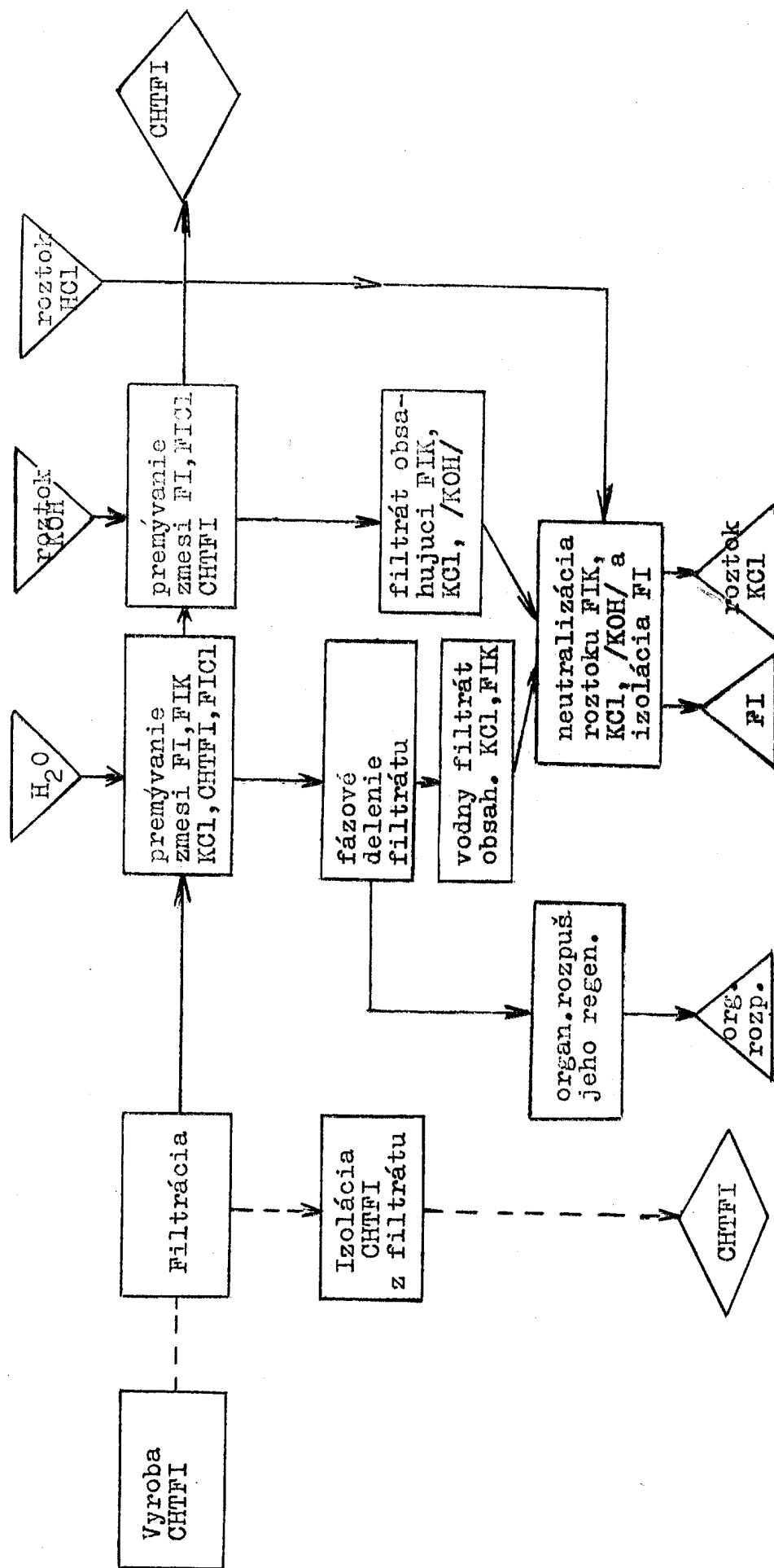
Filtrát z premývania vodou sa spojil s filtrátom z premývania roztokom lúhu draselného a do vzniknutého roztoku sa pridávala zriedená kyselina chlorovodíková až do neutrálneho pH prostredia. Ďalej sa filtrát ochladil na 10 až 14 °C, pričom počas 3 hodín vykryštalizoval ftalimid, ktorý sa odfiltroval a vysušil. Získalo sa 7,8 g ftalimidu o t. t. 234 °C.

Príklad 2

Po ukončení kondenzácie sa z reakčnej zmesi odfiltrovala tuhá fáza, ktorá sa vysušila odparením rozpúšťadla. Zloženie zmesi bolo nasledovné: 13 g ftalimidu draselného, 21,5 g chloridu draselného, 3,35 g ftalimidu a 15 g N-(cyklohexyltio)ftalimidu, 0,1 g N-chlorftalimidu. Zmes sa premývala 35 °C ohriatou vodou, pričom sa chlorid draselný a ftalimid draselný rozpustil. Tuhá

fáza sa ďalej premývala 4 % roztokom chloridu draselného. Na filtri zostal vlhký N-(cyklohexyltio)ftalimid, ktorý sa vysušil (14 g o t. t. 91 až 93 °C). Filtrát z premývania vodou a filtrát z premývania roztokom lúhu draselného sa spojili a neutralizovali zriedenou kyselinou chlorovodíkovou. Po ochladení a uplynutí 3 hodín sa odfiltroval ftalimid. Získalo sa 10,5 g ftalimidu o t. t. 234 °C.

Spôsob delenia zmesi chloridu draselného, ftalimidu draselného, N-/cyklohexyltio/ftalimidu,
N-chlorftalimidu



Poznámka:

- FI - ftalimid
- CHTFI - N-/cyklohexyltio/ftalimid
- KCl - chlorid sodný
- FIK - ftalimid draselny
- FICl - N-chlorftalimid

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob delenia zmesi chloridu draselného, ftalimidu draselného, ftalimidu, N-(cyklohexyltio)ftalimidu, prípadne i s N-chlorftalimidom a rozpúšťadla vyznačujúci sa tým, že sa zmes ftalimidu draselného, ftalimidu, chloridu draselného, N-(cyklohexyltio)ftalimidu a N-chlorftalimidu premyje vodou o teplote 10 až 40 °C, pričom ftalimid draselný a chlorid draselný prechádzajú do roztoku a ftalimid, N-chlorftalimid sa ďalej premývajú roztokom hydroxidu draselného, pričom sa získa tuhý N-(cyklohexyltio)ftalimid a do roztoku prechádza ftalimid a N-chlorftalimid vo forme ftalimidu draselného i chloridu draselného a ďalej sa oba roztoky získané z premývania zmesi vodou a z premývania roztokom hydroxidu

draselného spoja a v ďalšom sa do tohto roztoku privádza kyselina chlorovodíková až do neutrálneho prostredia roztoku, pričom dochádza k vyzrážaniu ftalimidu, ktorý sa odfiltruje a získa sa roztok chloridu draselného.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že premývaním zmesi vodou sa vytesní organické rozpúšťadlo, ostávajúce vo forme vlhkosti v zmesi po jej filtrácii, fázovo sa oddelí od filtrátu a zregeneruje.

3. Spôsob podľa bodu 1 a 2 vyznačený tým, že na neutralizáciu filtrátu sa použije odpadná kyselina chlorovodíková výhodne z výroby N-(cyklohexyltio)ftalimidu, respektíve cyklohexylsulfenylchloridu.