

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

89 115

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 30.05.73 (P. 162954)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.12.74

Opis patentowy opublikowano: 30.04.1977

MKP C07c 103/12

Int. Cl.²
C07C 103/127

CZYTAŁNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Eszakmagyarország i Vegyiművek, Sajóabony (Węgry)

Sposób wytwarzania podstawionych chloroacetanilidów

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania podstawionych chloroacetanilidów o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza grupę alkilową o 1–4 atomach węgla polegający na poddaniu reakcji acylowania N-alkiloanilidu o ogólnym wzorze 2, w którym R ma wyżej podane znaczenie, w obecności technochloru fosforu.

Dotychczas znany sposób wytwarzania podstawionych chloroacetanilidów jak z węgierskiego opisu patentowego nr 159044 polega na reakcji acylowania N-alkiloanilidów w obecności trójkloru fosforu w temperaturze około 100°C. Reakcja ta przebiega w ciągu około 3 godzin.

W wyżej opisanej reakcji nie można stosować tlenochloru fosforu zamiast trójkloru fosforu, ponieważ wówczas, w danych warunkach, reakcja rozpoczynałaby się dopiero w temperaturze wrzenia tlenochloru fosforu, tj. w temperaturze powyżej 105°C.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że można wytworzyć podstawione chloroacetanilidy o ogólnym wzorze 1, w którym R ma wyżej podane znaczenie jeśli poddaje się reakcji acylowania N-alkiloanilidu o ogólnym wzorze 2, w którym R ma wyżej podane znaczenie, w obecności tlenochloru fosforu, w środowisku bezwodnym, w temperaturze powyżej 150°C, a korzystnie w temperaturze 170°C, za pomocą kwasu chlorooctowego. Reakcję tą prowadzi się w ten sposób, że poddaje się reakcji mieszaninę N-alkiloanilidu, tlenochloru fosforu z kwasem chlorooctowym, przy czym po pierwszym okresie, w którym reakcja przebiega egzotermicznie i temperatura mieszaniny reakcyjnej wzrasta do około 100°C, mieszaninę reakcyjną podgrzewa się do temperatury około 150°C co powoduje szybko przebiegającą reakcję kończącą się w temperaturze 170°C w ciągu 0,5 godziny z wytworzeniem chloroacetanilidu. W pierwszym, egzotermicznym etapie tej reakcji N-alkiloanilid wiąże się z tlenochlorem fosforu przy wywiązaniu się 1 mola chlorowodoru i powstały produkt przejściowy dopiero w temperaturze powyżej 150°C, prawdopodobnie na skutek rozkładu, reaguje z kwasem chlorooctowym przy dużej szybkości reakcji.

Sposób według wynalazku charakteryzuje się tą zaletą, że w wyniku zastosowania tlenochloru fosforu zamiast trójkloru fosforu umożliwia skrócenie czasu reakcji do 1/6, co stwarza możliwość uzyskania korzystnego efektu technicznego polegającego na o wiele lepszym wykorzystaniu kosztownej, a stosowanej dla środowiska chlorowodoru aparatury, jak i prowadzenie procesu sposobem ciągłym. Dalszą zaletą tego sposobu jest wyższa o około 10% wydajność, jak i o wiele większa czystość produktu końcowego oraz o wiele mniejsze zużycie energii

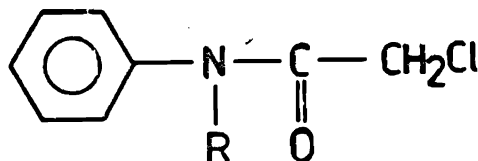
cieplnej, ponieważ pierwszy etap reakcji przebiega egzotermicznie i spontanicznie już z chwilą zmieszania reagentów co powoduje samorzutne ogrzanie się mieszaniny reakcyjnej do temperatury około 100°C.

Przykład. Do kolby okrągłodennej zaopatrzonej w mieszadło, chłodnicę zwrotną, wkraplacz i nasadkę dozowniczą wprowadza się 33,5 g (0,248 M) N-izopropylanilidu, a następnie mieszając dodaje się najpierw 20,1 g (0,131 mola) tlenochlorku fosforu, a następnie w jednej porcji 25 g (0,265 mola) kwasu monochlorooctowego. Mieszanina reakcyjna samorzutnie i szybko ogrzewa się, przy czym z chwilą ustania dalszego wzrastania temperatury, mieszaninę reakcyjną ogrzewa się na łaźni olejowej do temperatury 170°C, co powoduje wywiązanie się chlorowodoru i właściwą reakcję trwającą około 0,5 godziny. Mieszaninę poreakcyjną ochładza się do temperatury 70°C i energicznie mieszając dodaje się 150 ml wody ogrzanej do temperatury 70°C, po czym miesza dalej aż do ochłodzenia. Oziębiony do temperatury 20°C, skrzepnięty produkt reakcji odsącza się, myje wodą i suszy. Otrzymuje się 47,5 g surowego produktu w postaci żółtawo-białych kryształów o temperaturze topnienia 70–71°C. Po przekrystalizowaniu z cykloheksanu otrzymuje się 45 g czystego produktu o temperaturze topnienia 80°C, co odpowiada 87% wydajności teoretycznej.

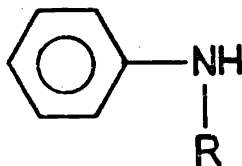
Analiza: obliczono: 16,74% Cl;
znaleziono: 16,71% Cl.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania podstawionych chloroacetanilidów o ogólnym wzorze 1, w którym R oznacza grupę alkilową zawierającą 1–4 atomów węgla przez acylowanie N-alkiloanilidów, z n a m i e n n y t y m, że reakcji acylowania poddaje się N-alkiloanilid o ogólnym wzorze 2, w którym R ma wyżej podane znaczenie, w obecności tlenochlorku fosforu, w środowisku bezwodnym, w temperaturze powyżej 150°C, korzystnie w temperaturze 170°C, za pomocą kwasu chlorooctowego.



Wzór 1



Wzór 2