



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

247568

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 127/19

(22) Přihlášeno 02 04 85

(21) PV 2402-85

(40) Zveřejněno 15 05 86

(45) Vydáno 16 05 88

(75)

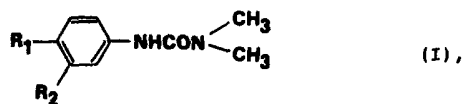
Autor vynálezu

SOPUCH TOMÁŠ ing., PSCHIEDT JIŘÍ ing., LÁZNĚ BOHDANEČ,
SÁDLO LUBOŠ ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy derivátů N-fenyl-N',N'-dimethylmočovín

Řešení se týká způsobu přípravy derivátů N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny, reakcí dimethylaminu s derivátem fenylizokyanátu v prostředí organického rozpouštědla při molárním poměru dimethylaminu k derivátu fenylizokyanátu 1,01 až 1,50:1,00 a teplotě -10 až 80 °C. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se při reakci používá organické rozpouštědlo nahradí matečnými louhy odpadajícími z předchozí výroby příslušných derivátů N-fenyl-N',N'-dimethylmočovín, s obsahem 0,01 až 10 % dimethylaminu a 0,1 až 5 % N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny.

Vynález se týká způsobu přípravy derivátů N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny obecného vzorce (I):



ve kterém R₁ značí -CH₃, -CH(CH₃)₂, Cl, -OCH₃,
R₂ -H, -Cl

reakcí dimethylaminu s derivátem fenylisokyanátu v prostředí organického inertního rozpouštědla. Uvedené deriváty N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny nacházejí uplatnění jako biologicky účinné látky při výrobě herbicidních přípravků pro obiloviny.

Většina průmyslově využívaných postupů přípravy derivátů N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny je založena na reakci dimethylaminu s odpovídajícím arylisokyanátem v prostředí organického inertního rozpouštědla, například v benzenu, toluenu, anisolu, chlorbenzenu.

Dimethylamin je používán jednak jako plyn, jednak ve formě vodného roztoku nebo ve formě roztoku v organických inertních rozpouštědlech. Jsou uvedeny i kontinuální postupy přípravy derivátů N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny. Používání dimethylaminu ve formě vodného roztoku je nevýhodné pro zvýšenou tvorbu vedlejších produktů, zejména symetrických N,N'-bis(aryl)-močoviny.

Proto se pro přípravu derivátů N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny používají bezvodé reakční složky zředěné inertním organickým rozpouštědlem. Náročné a poměrně málo efektivní je zpracování matečných louhů z izolace produktu obsahujících značné množství žádané N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny (minimálně 5 až 10 % teoretického výtěžku).

Po zahuštění matečných louhů na cca 20 až 30 % původního objemu, které se provádí oddestilováním rozpouštědla, se získá další produkt v množství 2 až 3 % teoretického výtěžku. Tento druhý podíl produktu obsahuje ale 1 až 4 % vedlejších produktů, které vznikly následkem tepelné expozice při oddestilování použitého rozpouštědla.

Z hygienického hlediska náročnou operací jsou izolace destilačních zbytků, které je nutno izolovat po oddestilování organického rozpouštědla z matečných louhů po izolaci druhého podílu produktu, jako kapalně pomalu tuhnoucí destilační zbytky při teplotě 70 až 100 °C.

Uvedenou nevýhodu odstraňuje způsob přípravy derivátů N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny reakcí dimethylaminu s derivátem fenylisokyanátu v prostředí inertního organického rozpouštědla při molárním poměru dimethylaminu k derivátu fenylisokyanátu 1,01 až 1,50:1,00 a teplotě -10 až +80 °C podle tohoto vynálezu.

Podstata spočívá v tom, že se 5 až 100 % množství při reakci používaného organického rozpouštědla nahradí matečnými louhy odpadajícími z předchozí výroby N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny, přičemž tyto louhy obsahují kromě rozpouštědla 0,01 až 10 % dimethylaminu a 0,1 až 5 % N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny.

Kvalita produktu zůstává při postupu přípravy zachována - obsah vedlejších látek v produktu je pod 1 % a výtěžek je velmi vysoký. V případě náhrady 80 až 100 % potřebného organického rozpouštědla matečnými louhy lze dosáhnout téměř kvantitativního výtěžku žádaného derivátu N-fenyl-N',N''-dimethylmočoviny.

Další výhoda postupu dle vynálezu je v tom, že odpadá regenerace nadbytečného dimethylaminu, neboť dimethylamin se recykluje s matečnými louhy do následující operace, rovněž

izolace druhého podílu produktu odpadá. Výrazně se snižuje četnost operací regenerace organického rozpouštědla a operací izolace destilačních zbytků a následně se snižují náklady na výstavbu regeneračního zařízení pro použitá rozpouštědla.

V důsledku snížení četnosti operací regenerace organického rozpouštědla se snižují i energetické náklady při výrobě N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny. Způsobem dle vynálezu se snižují exhalace dimethylaminu a organického rozpouštědla. Vracení matečných louhů je možno řešit jednak náhradou celého množství matečných louhů s minimálně trojnásobnou recyklací, s výhodou až 5 až 10násobnou recyklací nebo náhradou konstantního dílčího množství organického rozpouštědla matečnými louhy, minimálně náhradou 5 % rozpouštědla, s výhodou ale 50 až 90 % organického rozpouštědla.

Recykláže matečných louhů lze s výhodou použít u kontinuálních i násoadových výrobních postupů pro přípravu derivátů N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

P ř í k l a d 1

Do míchané baňky bylo nasazeno 1 000 g chlorbenzenových matečných louhů z předcházejícího pokusu přípravy N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny obsahujících 1,2 % hmotnostních dimethylaminu a 1,1 % N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny.

Matečné louhy byly ochlazeny na teplotu 5 °C a při této teplotě bylo nadávkováno k matečným louhům 53 g dimethylaminu. Během následujících 3 hodin bylo k roztoku dimethylaminu v matečných louhách nadávkováno při teplotě 5 až 15 °C 200 g 4-isopropylfenylisokyanátu. Po nadávkování 4-isopropylfenylisokyanátu byla reakční směs míchána ještě 1 hodinu při teplotě 15 °C.

Po ochlazení suspenze produktu na teplotu 0 °C byl na laboratorní odstředivce izolován produkt, který byl promyt 120 g chlorbenzenem a sušen při teplotě 70 až 80 °C a tlaku 0,001 MPa. Bylo získáno 251 g N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny, tj. ve výtěžku 98 % na 4-isopropylfenylisokyanát a 1 074 g matečných louhů s obsahem 0,81 % dimethylaminu a obsahem 1,378 % N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny.

Kapalinovou chromatografií byl stanoven v produktu obsah 0,15 % N,N'-bis-(4-isopropylfenyl)-močoviny a 0,04 % N-(4-isopropylfenyl)-N'-methylmočoviny.

P ř í k l a d 2

Do míchané baňky bylo nasazeno 200 g 4-isopropylfenylisokyanátu a 500 g matečných louhů z příkladu č. 1. Během následujících 2 hodin bylo nadávkováno k roztoku 4-isopropylfenylisokyanátu 617 g roztoku dimethylaminu, který byl připraven rozpuštěním 67 g dimethylaminu v 550 g matečných louhů z pokusu 1.

Teplota reakční směsi během dávkování roztoku dimethylaminu vystoupila z původních 25 °C na 55 °C. Potom byla reakční směs vyhřátá na teplotu 80 °C a následně se ochladila rovnoměrně během 4 hodin na teplotu 0 °C.

Izolovaný produkt byl promyt 100 g chlorbenzenem a usušen při teplotě 70 až 80 °C a tlaku 0,001 MPa. Bylo získáno 255 g N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny ve výtěžku 99,6 % na 4-isopropylfenylisokyanát a 1 135 g matečných louhů s obsahem 1,49 % dimethylaminu a 1,1,1 % N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny.

Kapalinovou chromatografií byl stanoven v produktu obsah 0,11 % symetrické N,N'-bis-(4-isopropylfenyl)-močoviny a 0,05 % N-(4-isopropylfenyl)-N'-methylmočoviny.

P ř í k l a d 3

Do míchané baňky bylo předloženo 1 070 g matečných louhů z příkladu č. 2 a 400 g 4-isopropylfenylisokyanátu. Během 3 hodin byl k předloženému roztoku 4-isopropylfenylisokyanátu nadávkován chlorbenzenový roztok dimethylaminu v množství 555 g s obsahem 111 g dimethylaminu. Během dávkování roztoku dimethylaminu byla udržována teplota reakční směsi v rozmezí 45 až 55 °C.

Potom byl obsah baňky rovnoměrně ochlazen během 3 hodin na teplotu 5 °C a byl izolován produkt. Bylo získáno 501 g N-(4-isopropylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny tj. 97,9 % teorie. Kapalinovou chromatografií byl v produktu stanoven obsah symetrické N,N'-bis-(4-isopropylfenyl)-močoviny 0,19 % a obsah N-(4-isopropylfenyl)-N'-methylmočoviny 0,05 %.

P ř í k l a d 4

Do baňky bylo předloženo 100 g bezvodého toluenu a 800 g toluenových matečných louhů z přípravy N-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny obsahujících 1,8 % N-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny a 0,1 % dimethylaminu. Potom byl obsah baňky ochlazen na teplotu -10 °C a během 1 hodiny bylo současně nadávkováno za chlazení reakční směsi na teplotu -10 až 0 °C k obsahu baňky 27 g dimethylaminu a 100 g 3-chlor-4-methoxyfenylisokyanátu.

Bylo získáno 123,9 g N-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny tj. ve výtěžku 99,5 % na 3-chlor-4-methoxyfenylisokyanát. Kapalinovou chromatografií byl stanoven v produktu obsah symetrické N,N'-bis-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-močoviny 0,05 % a obsah N-(3-chlor-4-methoxyfenyl)-N'-methylmočoviny 0,045 %.

P ř í k l a d 5

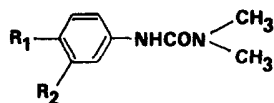
Do míchané baňky bylo nasazeno 1 000 g chlorbenzenu, 450 g 3-chlor-4-methylfenylisokyanátu a 100 g matečných louhů z přípravy N-(3-chlor-4-methylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny s obsahem 4,8 % dimethylaminu 2,1 % N-(3-chlor-4-methylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny, 0,4 % sym. N,N'-bis-(3-chlor-4-methylfenyl)-močoviny.

Potom bylo rovnoměrně během 2,5 hodin nadávkováno 500 g roztoku dimethylaminu obsahujícího 120 g dimethylaminu. Během dávkování roztoku dimethylaminu stoupla teplota reakční směsi z 20 °C na teplotu 45 °C. Produkt byl izolován při teplotě 0 °C a promyt 200 g chlorbenzenem.

Bylo získáno 553 g N-(3-chlor-4-methylfenyl)-N',N'-dimethylmočoviny (tj. ve výtěžku 95,5 % na 3-chlor-4-methylfenylisokyanát). Kapalinovou chromatografií byl stanoven obsah symetrické N,N'-bis-(3-chlor-4-methylfenyl)-močoviny v produktu 0,08 % a obsah N-(3-chlor-4-methylfenyl)-N'-methylmočoviny 0,02 %.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy derivátů N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny obecného vzorce:



kde R_1 značí $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, $-\text{Cl}$, $-\text{OCH}_3$

R_2 značí $-\text{H}$, Cl

reakcí dimethylaminu s příslušným derivátem fenyliizokyanátu v prostředí inertního organického rozpouštědla při molárním poměru dimethylaminu k derivátu fenyliizokyanátu 1,01 až 1,50:1,00 a teplotě -10 až $+80$ °C vyznačující se tím, že se 5 až 100 % množství při reakci používaného organického rozpouštědla nahradí matečnými louhy, odpadajícími při předchozí výrobě příslušné N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny, přičemž tyto louhy obsahují 0,01 až 10 % dimethylaminu, 0,1 až 5 % N-fenyl-N',N'-dimethylmočoviny a rozpouštědlo.