



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

257195

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 43/29

(22) Přihlášeno 15 12 86

(21) PV 9314-86.S

(40) Zveřejněno 17 09 87

(45) Vydáno 15 02 89

(75)

Autor vynálezu

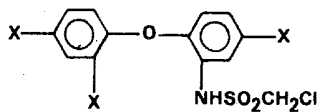
MATOULEK JAROSLAV, dipl. tech., ŽALOUDEK JOSEF, dipl. tech.,
Ústí nad Labem

(54) Způsob přípravy chlorovaných 2-chlormetansulfonylaminodifenyleterů

Účelem řešení je způsob přípravy chlorovaných 2-chlormetansulfonylaminodifenyleterů reakcí chlormetansulfonylchloridu s příslušným substituovaným 2-aminodifenyleterem v organickém rozpouštědle za přítomnosti pyridinu jako katalyzátoru tak, že se pro chlormetansulfonylaci odpadající vodný roztok obsahující pyridinhydrochlorid převede na volnou bázi, která se extrahuje organickým nepochlorným rozpouštědlem, vzniklý extrakt se předestiluje a bezvodá frakce s obsahem pyridinu s rozpouštědlem se použije k další chlormetansulfonylaci.

Vynález se týká způsobu přípravy 2-chlormetansulfonylaminodifenyléterů chlormetansulfonylací odpovídajících 2-aminodifenyléterů s recyklací pyridinu jako katalyzátoru.

Tyto látky obecného vzorce



kde X je buď Cl nebo H, kde nejméně jedno X představuje Cl v poloze 4 nebo 4' se používají po následné chloraci k ochraně vlněných a polyamidových textilních materiálů proti škůdcům.

Dosavadní způsob přípravy spočíval v chlormetansulfonylaci příslušných aminodifenyléterů za použití čistého pyridinu jako katalyzátoru, přičemž po reakci se pyridin oddělil vypráním reakční směsi ve formě kyselého vodného roztoku obsahujícího ještě hydrolyticky vzniklou chlormetansulfonovou kyselinou a další nečistoty. Tento roztok obsahující pyridinhydrochlorid se izoloval vysolením značným přebytkem hydroxidu sodného ve formě nově vzniklé fáze, která se po oddělení destilačně zbavila ostatních nečistot, potom odvodnila pevným hydroxidem sodným a nakonec reaktifikačně zbavila zbytků vody. Získaný čistý pyridin se vracel do výroby.

Nevýhody tohoto postupu jsou ve značné spotřebě hydroxidu sodného s ohledem na dvojí vysolování pyridinu, což vedle zvýšení nákladů představuje i zvýšenou produkci odpadních vod. V druhé řadě je tento postup náročný na strojní zařízení včetně spotřeby energie.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se po chlormetansulfonylaci odpadající vodný roztok obsahující pyridinhydrochlorid převede na volnou bázi, která se extrahuje organickým nepolárním rozpouštědlem, vzniklý extrakt se předestiluje a bezvodá frakce obsahující pyridin s rozpouštědlem se použije k další chlormetansulfonylaci.

Extrakci pyridinu je možno provádět jak kontinuálně, tak i deskontinuálně.

P ř í k l a d 1

500 g pyridinových odpadních vod s obsahem 106,9 g pyridinu se zalkalizuje 162 g 40% volného roztoku NaOH.

K takto upravenému roztoku se přidá

500 g toluenu a obě fáze se důkladně promíchají.

Po oddělení nepolární fáze se vodná fáze podrobí druhé extrakci 500 g toluenu. Druhý toluenový extrakt se použije k první extrakci zalkalizovaných pyridinových odpadních vod. První extrakt se předestiluje, čímž se po oddělení přední vodu obsahující frakce získá prakticky bezvodý dvousložkový roztok o složení:

18,4 % pyridinu a 71,6 % toluenu. Přední vodu obsahující frakce se vrátí k druhé toluenové frakci. Získaný dvousložkový roztok se použije takto:

K 409,5 g toluenového roztoku obsahujícího

127 g 4,4'-dichlor-2-aminodifenyleteru se přidá

213,3 g dvousložkového roztoku pyridinu a

82 g chlormetansulfochloridu. Po řádném rozmíchání se obsah nechá 24 hodiny reagovat.

K reakční hmotě se přidá 50 ml vody a při teplotě 60 °C se 1/2 hodiny míchá. Po rozdělení fází se toluenová vrstva oddělí a vleje do 2 500 ml vody a vodná fáze obsahující pyridinhydrochlorid se použije opět k regeneraci, zalkalizuje se NaOH na mimosu pozitivní reakci za součas-

ného míchání obou fází. Po oddělení vodné fáze se tato okyslí kyselinou chlorovodíkovou na pH 3. Vyloučený amid se odfiltruje, promyje vodou a po usušení se získá 4,4'-dichlor-2-chlormetansulfonylamínodifenyleter ve výtěžku 76 % teorie na použitý amin.

P ř í k l a d 2

Postup je stejný jako v příkladě 1 s tím rozdílem, že se k chlormetylaci použije 420 g toluenového roztoku obsahujícího

144 g 2',4,4'-trichlor-2-aminodifenyleteru. Po chlormetylaci použitím regenerovaného pyridinu se získá 2',4,4'-trichlor-2-chlormetansulfonylamínodifenyleter ve výtěžku 78 % teorie na použitý amin.

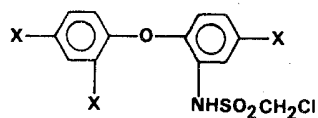
P ř í k l a d 3

Postup je opět stejný jako v příkladu č. 1 s tím rozdílem, že se k chlormetylaci použije 400 g toluenového roztoku obsahujícího

110 g 4-chlor-2-aminodifenyleter. Po chlormetylaci s užitím regenerovaného pyridinu se získá 4-chlor-2-chlormetansulfonylamínodifenyleter ve výtěžku 75 % teorie na použitý amin.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy chlorovaných 2-chlormetansulfonylamínodifenyléterů obecného vzorce



kde X je Cl nebo H kde nejméně jedno X představuje Cl v poloze 4 nebo 4' reakcí chlormetansulfonylchloridu s příslušným substituovaným 2-aminodifenyléterem v organickém rozpouštědle za katalytického účinku pyridinu vyznačený tím, že se po reakci odpadající vodný roztok obsahující pyridinhydrochlorid převede na volnou bázi, která se extrahuje rozpouštědlem a vzniklý extrakt se předestiluje a bezvodá frakce obsahující pyridin s rozpouštědlem se použije k další chlormetansulfonylaci.