



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201375

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 D 209/48

(22) Prihlášené 27 11 78
(21) (PV 7746-78)

(40) Zverejnené 29 02 80

(45) Vydané 15 06 82

(75)

Autor vynálezu

MACKO JOZEF ing. CSc., PEZINOK, TRUCHLIK ŠTEFAN ing. CSc. a
VRZGULA DIONÝZ ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby N-chlórmetylftalimidu

Vynález sa týka spôsobu výroby N-chlórmetylftalimidu z hydroxymetylftalimidu a chlorovodíka.

Príprava N-chlórmetylftalimidu pôsobením chlorovodíka vo forme koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej na N-hydroxymetylftalimid je známa (Ber. 41, 242 (1908)). Podobne je známy postup prípravy N-chlórmetylftalimidu založený na reakcii ftalimidu s formaldehydom a chlorovodíkom taktiež v prítomnosti koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej (Hung. Teljes 6430 (C. A. vol. 80, 37097 q.)). Nevýhodou týchto postupov, spôsobenú skutočnosťou, že ako východisková surovina, tak aj reakčný produkt predstavuje suspenziu kryštálov kyseliny soľnej s ťažko kontrolovateľným priebehom reakcie a zhoršenými podmienkami miešania, odstraňujú postupy, ktoré k izolácii vzniklého N-chlórmetylftalimidu využívajú inertné organické rozpúšťadla (Čsl. pat. č. 120 423, Amer. pat. č. 4 013 685 alebo Angl. pat. č. 1 487 038).

Popri nutnosti použitia kyseliny chlorovodíkovej, ktorej objemy nie sú malé, takže okrem značného množstva nežiadúcich odpadov, ktoré znečisťujú životné prostredie a spôsobujú špecificky nízke využitie aparatury, vystupuje do popredia aj ďalší nedostatok — nutnosť použiť ako jeden z východiskových komponentov kryštalický N-hydroxymetyl-

ftalimid. Výroba N-hydroxymetylftalimidu si vyžaduje celý rad sprievodných technologických operácií, ako je chladenie, kryštalizácia, odstreďovanie, sušenie ako aj vlastná prípravná manipulácia a doprava k reakčnému zariadeniu.

Uvedené nedostatky v podstatnej miere odstraňuje spôsob výroby N-chlórmetylftalimidu z N-hydroxymetylftalimidu a chlorovodíka v prítomnosti inertného organického rozpúšťadla podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že N-hydroxymetylftalimid sa vo forme vodného roztoku reakčnej zmesi o teplote 50 až 100 °C, obsahujúcej na 1 mól N-hydroxymetylftalimidu 0 až 0,5 mól formaldehydu a 2 až 25 mól vody pridá k aromatickému organickému inertnému rozpúšťadlu a plynným chlorovodíkom sa nahradí hydroxy-skupina chlóróm na N-chlórmetylftalimid.

Postupom podľa vynálezu odpadá izolácia N-hydroxymetylftalimidu, spojená s celým radom vyššie spomínaných jednotkových technologických operácií. Horúci vodný roztok reakčnej zmesi N-hydroxymetylftalimidu je vhodné vypúšťať do inertného organického rozpúšťadla za takých podmienok, aby vznikala dobre miešateľná suspenzia kryštálov N-hydroxymetylftalimidu vo zvolenom rozpúšťadle. Dosiahne sa to voľbou vhodného

miešadla a jeho otáčok, ako aj teplotou zvoleného rozpúšťadla.

Z bežných organických inertných rozpúšťadiel prichádzajú do úvahy hlavne benzén, toluén, xylén, chlórbenzén, alkylnaftalény, rôzne uhľovodíkové frakcie, prípadne ich zmesi a podobne. Následná reakcia plynným chlorovodíkom sa môže uskutočňovať v širokom rozmedzí teplôt — od laboratórnej teploty, až po teplotu azeotropu zvoleného rozpúšťadla s vodou. Optimálne rozpätie teplôt však leží medzi 50 až 70 °C. Pri vyšších teplotách prebiehajú čiastočne už iné, vedľajšie reakcie, ktoré znečisťujú vznikajúci N-chlórmetylftalimid a znižujú výťažky, kým nižšie teploty by si vzhľadom na exotermický priebeh reakcie vyžadovali chladenie, čo by bolo nevýhodné.

Zo získaného roztoku N-chlórmetylftalimidu v rozpúšťadle sa môže oddestilovaním rozpúšťadla získať žiadaný N-chlórmetylftalimid v tuhej forme. Vo väčšine prípadov je výhodnejšie použiť ho vo forme roztoku priamo do ďalších stupňov prípravy. Zvlášť výhodné je použiť ho na výrobu insekticídneho prípravku na báze fosmetu (0,0-dimetyl-S-ftalimidometylditiofosfátu).

Nasledujúce príklady ilustrujú, ale neobmedzujú spôsob prípravy N-chlórmetylftalimidu podľa vynálezu.

Príklad 1

Zmes 29,4 g 98% ftalimidu a 7,2 g formaldehydu vo forme 36 g 20% vodného roztoku sa zahrieva pol hodiny pod spätným chladičom pri teplote refluxu 97 až 100 °C. Vzniknutý číry roztok sa pri tejto teplote vylial tenkým prúdom do 160 g dobre miešaného toluénu, ktorý bol umiestnený v 500 ml banke s troma hrdlami opatrenej teplomerom, spätným chladičom, miešadlom a prívodnou trubicou na plynný chlorovodík, siahajúcou pod miešadlo. Banka bola v spodnej časti opatrená kohútom na odpúšťanie vrstiev. Trubicou na prívod plynu sa začal zavádzať plynný chlorovodík, pričom teplota obsahu banky sa udržiavala v rozmedzí 55 až 60 °C. Po nachlôro-

vani, ktoré trvalo cca 2,5 hodiny, vznikli dve číre kvapalné vrstvy, z ktorých spodná o hmotnosti 41,7 g sa oddelila. Toluénový roztok N-chlórmetylftalimidu sa za tepla pri 55 až 60 °C premyl 40 ml 5% vodného roztoku NaHCO₃, na vákuovej rotačnej odparke do sucha odparil a produkt sa nechal ešte dosušiť do konštantnej váhy. Získalo sa 37,4 g N-chlórmetylftalimidu o t. t. 128 až 132 °C o obsahu odštiepiteľného chlóru 16,48 %, hmot., čo predstavuje 88,8%-ný výťažok počítajúc na východiskový ftalimid.

Príklad 2

Zmes 29,4 g 98% ftalimidu a 7,2 g formaldehydu vo forme 20 g 36% vodného roztoku sa pod spätným chladičom zahrieva pri teplote refluxu 97 až 100 °C, po dobu 1 hodiny. Vzniknutý číry roztok sa vylial tenkým prúdom do 160 g dobre miešaného xylénu, ktorý bol umiestnený v reakčnej banke ako v príklade 1. Nezmeneným postupom ako v príklade 1 získalo sa 36,8 g suchého chlórmetylftalimidu s t. t. 128 až 133 °C o obsahu odštiepiteľného chlóru 17,5%, čo predstavuje 92,8%-ný výťažok teórie.

Príklad 3

Zmes 73,6 g 99% ftalimidu a 50,1 g 35,9% vodného roztoku formaldehydu sa pod spätným chladičom za miešania zahrieva pol hodinu na teplotu refluxu 97 až 100 °C. K vzniklému číremu vodnému roztoku N-hydroxymetylftalimidu sa potom prilialo 400 g toluénu, čím sa teplota obsahu banky upravila na cca 60 °C. Reakčná banka sa opatrla prívodnou trubicou siahajúcou až ku dnu a začal sa zavádzať plynný chlorovodík, pričom teplota obsahu banky sa udržiavala v rozmedzí 55 až 60 °C. Ďalší postup bol zhodný s postupom popísaným v príklade 1. Získalo sa 92,1 g N-chlórmetylftalimidu s obsahom odštiepiteľného chlóru 16,73 %, hmot., čo predstavuje 92,33 % čistotu a výťažok 87,8 % teórie, počítajúc na východiskový ftalimid.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby N-chlórmetylftalimidu z N-hydroxymetylftalimidu a chlorovodíka v prítomnosti inertného organického rozpúšťadla vyznačený tým, že N-hydroxymetylftalimid vo forme vodného roztoku reakčnej zmesi o teplote 50 až 100 °C obsahujúcej na 1 mól

N-hydroxymetylftalimidu 0 až 0,5 mól formaldehydu a 2 až 25 mól vody sa privedie do styku s aromatickým inertným rozpúšťadlom a plynným chlorovodíkom sa nahradí hydroxyskupina chlóróm za vzniku N-chlórmetylftalimidu.