



19 ES	11 21	NUMERO <b>463160</b>	10 A2
	22	FECHA DE PRESENTACION 13 OCT. 1977	

1er CERTIFICADO DE ADICION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO P 26 46 349.0	14.10.76	Rep. Federal Alemana
P 27 17 636.9	21.4.77	Rep. Federal Alemana.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D	61 PATENTE A LA CUAL SE ADICIONA 427.267
------------------------	--	---

54 TITULO DE LA INVENCIÓN  
Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 427.267, concedida el 19 de enero de 1.976, por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE CLOROTIO-N-FTALIMIDA

71 SOLICITANTE (S)  
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)  
Rüdiger Schubart., Paul Uhrhan., Ernst Roos

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE  
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria a junta. UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUL. 1978 &

El objeto de la patente principal 427 267 es un procedimiento para la obtención de clorotio-N-ftalimida que se caracteriza porque N,N'-ditiobisftalimida se hace reaccionar a una temperatura de unos 20 hasta unos 100°C con cloro o un agente de cloración.

5 En ulterior desarrollo de la idea de la invención se ha podido descubrir que la reacción transcurre con un rendimiento por volumen/tiempo considerablemente mas favorable, si a los reactivos se les agrega un formador de radicales y/o la reacción se realiza en presencia de luz.

10 Bajo formadores de radicales se entienden los compuestos conocidos por los especialistas que se descomponen en fracciones que llevan radicales. Como ejemplo sean mencionados: peróxido di-terc.butílico, peróxido dibenzoílico, peróxido diacetílico, peróxido bis-tricloroacetílico, hidroperóxido cumólico,  $\alpha, \alpha'$ -azo-bis-isobutironitrilo,  $\alpha, \alpha'$ -azo-bis-( $\alpha$ -fenilpropionitrilo), persulfatos inorgánicos, tales como  $K_2S_2O_8$ , perborato y perfosfato. Con preferencia se puede emplear el  $\alpha, \alpha'$ -azo-bis-isobutironitrilo.

15 Como fuentes de luz sean mencionadas, por ejemplo, la luz solar, lámpara ultravioleta y luz laser adecuada. Las fuentes de luz muestran preferentemente una longitud de onda de 200 hasta 800 nanómetros, con especial preferencia 350 hasta 450 nanómetros.

20 La clorólisis a la clorotio-N-ftalimida se efectúa a temperaturas desde unos 20 hasta 100°C, preferentemente de unos 30 hasta unos 60°C.

25 El producto de partida, la N,N'-ditiobisftalimida es conocida (Canadian Journal of Chemistry, tomo 44, pág. 2112 (1966))

Además de cloro se pueden emplear otros agentes de cloración, especialmente cloruro de sulfurilo.

30 Por lo general se efectúa la reacción con cantidades estequiométricas de N,N'-ditiobisftalimida y cloro o bien agentes de

cloración, pero también se puede emplear un reducido exceso, especialmente menos de 10 moles-% o bien val-% de uno o de otro producto de partida.

La reacción se efectúa en un disolvente inerte con respecto al cloro bajo las condiciones de reacción. Como tales disolventes sean mencionados, por ejemplo, los hidrocarburos alifáticos perhalogenados, especialmente tetraclorometano, hidrocarburos aromáticos, tales como benceno, nitrobenceno y preferentemente hidrocarburos clorados aromáticos, especialmente clorobenceno y diclorobenceno.

Por lo general se efectúa la reacción suspendiendo y/o disolviendo la N,N'-ditiobisftalimida en el disolvente y agregando bajo agitación el cloro o bien el agente de cloración. Terminada la adición se deja seguir reaccionando aún durante algún tiempo, el disolvente se separa por destilación total o parcialmente, en caso dado en vacío, y el producto de reacción se aísla. Aquí puede ser especialmente ventajoso separar el disolvente solo parcialmente por destilación y a continuación agregar un disolvente que tenga poco poder de disolución para el producto de reacción clorotio-N-ftalimida y que sea miscible con el disolvente empleado durante la reacción; para ello entran también en consideración aquellos disolventes inertes usuales que bajo las condiciones de reacción no sean inertes con respecto al cloro, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos y sus mezclas, tales como éter de petróleo, bencina ligera.

Así se puede, por ejemplo, precipitar el producto de reacción y aislar según métodos conocidos, por ejemplo, por filtración, centrifugación, en forma ventajosa de la mezcla de reacción o bien del disolvente.

Por lo general se efectúa la reacción a presión normal, pero también se puede trabajar a presión mas reducida o bien más elevada. En caso dado puede ser especialmente ventajoso trabajar a

una presión más elevada hasta unas 10 atmósferas absolutas, especialmente hasta unas 2 ata, para lograr una mayor velocidad de reacción y un tiempo de reacción mas corto.

5 Naturalmente el procedimiento de la presente invención se puede realizar también en forma continua, por ejemplo, en un tubo reactor, en una cascada de reactores o en cualquier aparato conocido para procedimientos continuos.

10 La clorotio-N-ftalimida es un producto intermedio que es adecuado, por ejemplo, para la obtención de agentes auxiliares para la elaboración de caucho.

#### Ejemplo 1

15 215 g (0,63 moles) de N,N'-ditiobisftalimida se introducen en 1200 cc de clorobenceno y bajo exposición a luz de una lámpara UV (fabricante Osram HgH 2000/450 Watios) se introducen a 35° C en el transcurso de 5 minutos 43 g de cloro. Después de haber seguido 20 agitando durante otros 5 minutos bajo exposición a la luz a 35° C ha reaccionado totalmente el producto de partida. Se separan por evaporación 2/3 del disolvente en vacío, la solución de reacción obtenida se mezcla con el mismo volumen de bencina ligera (márgen de ebullición 60 hasta 95° C) y se enfría a 10° C. El producto precipitado se separa por filtración y se seca en vacío. Se obtienen asi 263 g (98 % de la teoría) de clorotio-N-ftalimida como cristales amarillos del p.f. 135 - 137° C.

#### Ejemplo 2

25 215 g (0,63 moles) de N,N'-ditiobisftalimida se introducen en 1200 cc de clorobenceno y se agregan 5 g de  $\alpha, \alpha'$ -azobis-isobutironitrilo. A 45 - 50° C se introducen en el transcurso de 5 minutos 43 g de cloro. Después de haber seguido agitando durante otros

15 minutos a 45 - 50° se ha reaccionado totalmente el producto de partida. Se sigue elaborando como en el ejemplo 1. Se obtienen así 241 g de clorotio-N-ftalimida, esto es, un 89,5 % de la teoría.

5                    Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

Reivindicaciones

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 427 267, concedida el 19 de enero de 1976 por "Procedimiento para la obtención de clorotio-N-ftalimida", por reacción de N,N'-ditiobisftalimida en la zona de temperaturas desde unos 20 hasta unos 100°C con cloro o un agente de cloración, caracterizadas porque la reacción se efectua en presencia de formadores de radicales y/o bajo la presencia de luz.

2. Mejoras introducidos en el objeto de la patente principal nº 427 267 concedida el 19 de enero de 1976 por "Procedimiento para la obtención de clorotio-N-ftalimida" tal y como quedan sustancialmente descritas en la presente memoria.

Esta memoria consta de 6 hojas escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid,

13 OCT. 1977

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

De la  
100 100 100 100

