



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102775308 A

(43) 申请公布日 2012. 11. 14

(21) 申请号 201210221817. 2

(22) 申请日 2012. 07. 01

(71) 申请人 周珮

地址 225322 江苏省泰州市高港区永安洲镇
兴隆村十六组 28 号

(72) 发明人 周珮

(51) Int. Cl.

C07C 69/712(2006. 01)

C07C 67/08(2006. 01)

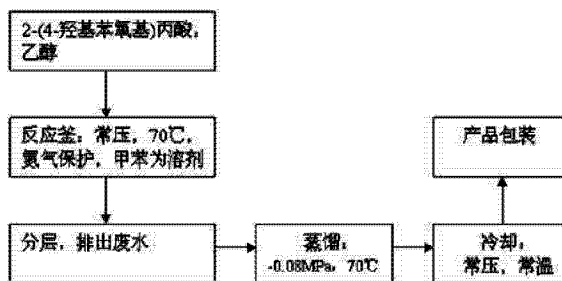
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,包括以下步骤:将 261.5 重量份的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和 3.4 重量份甲苯一次全部加入反应釜中,86 重量份的乙醇分批加入,首批乙醇加完后,反应釜常压 70℃保温,测量反应釜中物料成分,确定到达反应终点后,减压蒸馏,以分离出酯化反应产生的水分;测定反应釜中物料成份,若有 2-(4-羟基苯氧基)丙酸存在,则继续加入乙醇进行反应,如此反复,直到所述 86 重量份的乙醇完全加入为止;降温至室温;加水洗涤、减压蒸馏、吸附除杂、冷却结晶、离心、干燥,即得 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯。本发明操作简单,成本低,污染少,适合于工业上大规模应用。



1. 一种 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括以下步骤:

按照 261.5 重量份的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸、3.4 重量份的甲苯和 86 重量份的乙醇备料;

将所述 261.5 重量份的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和所述 3.4 重量份的甲苯一次全部加入反应釜中,所述 86 重量份的乙醇分批加入,首批乙醇加完后,所述反应釜常压 70℃保温,抽真空进行减压蒸馏,以分离出酯化反应产生的水分;测定所述反应釜中的物料成份,确定 2-(4-羟基苯氧基)丙酸的浓度,然后再次向所述反应釜中加入第二批乙醇,使乙醇和所述反应釜中剩余的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸完成酯化反应生成 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯,然后继续抽真空进行减压蒸馏,使物料中酯化反应产生的水分通过蒸馏蒸出;再次测定所述反应釜中的物料成份,若仍有 2-(4-羟基苯氧基)丙酸存在,则继续加入乙醇进行酯化反应,如此反复,直到所述 86 重量份的乙醇完全加入为止;

将所述反应釜的温度降至室温;

加水洗涤、减压蒸馏、吸附除杂、冷却结晶、离心、干燥,即得 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯。

2. 根据权利要求 1 所述的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,其特征在于,所述首批乙醇的加入量为乙醇总量的 2/3。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,其特征在于,所述 2-(4-羟基苯氧基)丙酸的纯度 $\geq 99\%$,所述乙醇的纯度 $\geq 99\%$,所述甲苯的纯度 $\geq 99\%$ 。

2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明涉及一种除草剂中间体的制备方法,具体是涉及一种 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法。

背景技术

[0003] 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯,分子式为 $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{OCH}(\text{CH}_3)\text{COOC}_2\text{H}_5$,为淡茶色油状液体,无臭、无味。它是苯氧丙酸类除草剂如禾草克、禾草灵等的关键中间体,这类高效除草剂可以选择地防除一年或多年生禾本科杂草,而且用量少,人畜无害,所以目前广泛地被各国使用。

[0004] 该中间体化合物合成的困难在于:一、对苯二酚在碱性溶液中容易被空气氧化;二、对苯二酚的两个酚羟基可同时发生亲核取代;三、 α -氯代丙酸在碱性溶液中 α -氯易被 OH^- 取代。目前,在合成该中间体化合物的已有方法中,比较典型的是:(1)以二甲亚砜作为溶剂,在低温下使 α -溴代丙酸酯和对苯二酚在碱性介质氢氧化钙下缩合;(2)用氮气保护,使 α -氯代丙酸和对苯二酚缩合,用重氮甲烷甲酯化,再经酯交换反应得到产物。

[0005] 方法(1)的缺点是使用了昂贵的二甲亚砜和 α -溴代丙酸,尽管 α -溴代物容易发生亲核取代,但也增加了对苯二酚双取代的趋势,为防止双取代的发生,需用过量的对苯二酚,比如对苯二酚和 α -氯代丙酸的摩尔比是 2.5:1,这样就造成对苯二酚的大量浪费,整个反应时间约为 40h,因此,该方法成本高,耗时多。

[0006] 方法(2)需用氮气保护,而且中间处理比较麻烦,而且使用了剧毒并易爆炸的重氮甲烷,因此,该方法的大规模使用也受到了限制。

发明内容

[0007] 针对现有技术存在的缺点和不足,本发明提供了一种采用 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和乙醇为主要原料制备 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的方法,本发明操作简单,成本低,污染少,适合于工业上大规模应用。

[0008] 本发明通过以下技术方案实现:

一种 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,包括以下步骤:

按照 261.5 重量份的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸、3.4 重量份的甲苯和 86 重量份的乙醇备料;

将所述 261.5 重量份的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和所述 3.4 重量份的甲苯一次全部加入反应釜中,所述 86 重量份的乙醇分批加入,首批乙醇加完后,所述反应釜常压 70°C 保温,抽真空进行减压蒸馏,以分离出酯化反应产生的水分;测定所述反应釜中的物料成份,确定 2-(4-羟基苯氧基)丙酸的浓度,然后再次向所述反应釜中加入第二批乙醇,使乙醇和所述反应釜中剩余的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸完成酯化反应生成 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙

酯,然后继续抽真空进行减压蒸馏,使物料中酯化反应产生的水分通过蒸馏蒸出;再次测定所述反应釜中的物料成份,若仍有 2-(4-羟基苯氧基)丙酸存在,则继续加入乙醇进行酯化反应,如此反复,直到所述 86 重量份的乙醇完全加入为止;

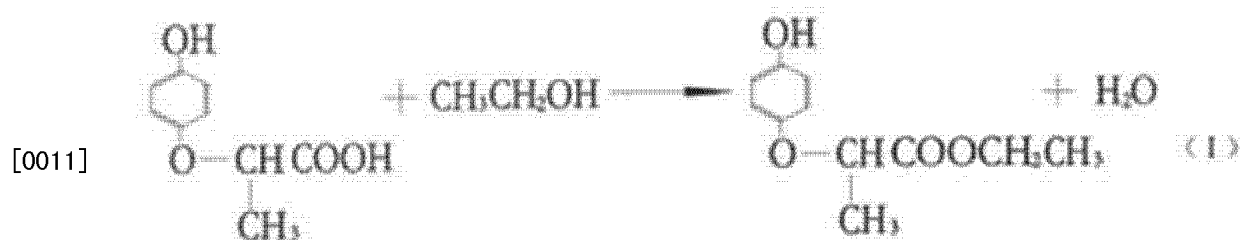
将所述反应釜的温度降至室温;

加水洗涤、减压蒸馏、吸附除杂、冷却结晶、离心、干燥,即得 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯。

优选的,所述首批乙醇的加入量为乙醇总量的 2/3。

[0009] 优选的,所述 2-(4-羟基苯氧基)丙酸的纯度 $\geq 99\%$,所述乙醇的纯度 $\geq 99\%$,所述甲苯的纯度 $\geq 99\%$ 。

[0010] 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和乙醇的酯化反应生成 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的反应方程式如式(I)所示。



本发明采用 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和乙醇为主要原料制备 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的方法,具有操作简单、成本低、污染少、适合于工业上大规模应用的有益效果。

附图说明

[0012] 图 1 是制备 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的工艺流程图。

具体实施方式

[0013] 为了进一步说明本发明的技术方案,下面结合实施例对本发明优选实施方案进行描述,但是应当理解,这些描述只是为了进一步说明本发明的特征和优点,而不是对本发明权利要求的限制。

[0014] 本实施例所用的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸、乙醇和甲苯的纯度均 $\geq 99\%$ 。

[0015] 一种 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯的制备方法,包括以下步骤(如图 1 所示):

按照 261.5kg 的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸、3.4kg 的甲苯和 86kg 的乙醇备料;

将 261.5kg 的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸和 3.4kg 的甲苯一次全部加入反应釜中,86kg 的乙醇分批加入,首批加入乙醇 57kg (占乙醇总量的 2/3),加完后,反应釜常压 70℃保温 1h,抽真空进行减压蒸馏,以分离出酯化反应产生的水分和少量未反应的乙醇;然后再次向反应釜中加入第二批乙醇 17kg,使乙醇和反应釜中剩余的 2-(4-羟基苯氧基)丙酸基本完成酯化反应生成 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯,然后继续抽真空进行减压蒸馏,使物料中未反应的乙醇和酯化反应产生的水分通过蒸馏蒸出;再次测定反应釜中的物料成份,若仍有 2-(4-羟基苯氧基)丙酸存在,则继续加入乙醇进行反应,如此反复,直到 86kg 的乙醇完全加入为止;

将反应釜的温度降至室温；

加水洗涤、减压蒸馏、吸附除杂、冷却结晶、离心、干燥，即得 2-(4-羟基苯氧基)丙酸乙酯。

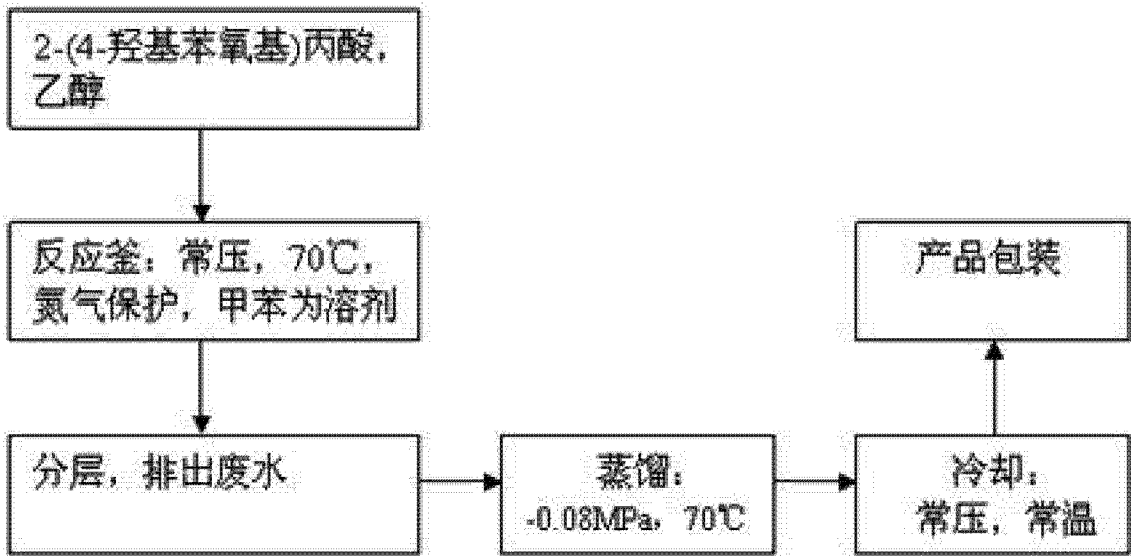


图 1