



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **222 303 A1**

4(51) C 07 C 127/15
A 01 N 47/28

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 C / 261 213 2 (22) 26.03.84 (44) 15.05.85

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße, DD
(72) Moll, Rainér, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Pallas, Manfred, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Jentzsch, Renate, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Fischer, Gerhard, Dr. rer. nat. habil. Dipl.-Chem.; Kochmann, Werner, Prof. Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Götzschel, Kurt, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Steinke, Walter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Nieß, Reinhard, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Dichloralharstoff

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Dichloralharstoff aus technischem Chloralhydrat und Harnstoff in wäßriger Lösung. Erfindungsgemäß setzt man 1 Masseteil technisches Chloralhydrat mit 0,1 bis 0,3 Masseteilen Harnstoff, der in 0,3 bis 1 Masseteilen Wasser gelöst ist, zwischen 60 °C und 80 °C um und trennt nach 3 bis 5 Stunden den auskristallisierenden Dichloralharstoff in an sich bekannter Weise von der wäßrigen Phase ab.

VEB CHEMIEKOMBINAT BITTERFELD

Bitterfeld, den 24.01.1984
2117

Verfahren zur Herstellung von Dichloralharnstoff

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Dichloralharnstoff, insbesondere für die Zubereitung hochkonzentrierter Herbizidformulierungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Dichloralharnstoff läßt sich bekanntlich durch Umsetzung molarer Mengen Harnstoff und Chloral bzw. Chloralhydrat in wäßriger Lösung in Gegenwart von Mineralsäuren als Katalysator herstellen. Die Verwendung von Lösungsmitteln, insbesondere von Wasser, führt aber zu deutlich längeren Reaktionszeiten. Es ist ferner bekannt, technisches Chloralhydrat ohne Lösungsmittel direkt mit Harnstoff umzusetzen (DD-PS 131646).

Es wurde überraschend gefunden, daß die durch das erfindungsgemäße Verfahren erzielbare hohe Raum/Zeit-Ausbeute eine kontinuierliche Gestaltung des Verfahrens zuläßt, wobei in jedem Falle die zur Herstellung hochkonzentrierter Herbizidformulierungen notwendige Reinheit des Dichloralhydrats erreicht wird. Dieser Umstand ist deshalb von besonderer Bedeutung, da das technische Chloralhydrat in seiner Zusammensetzung bestimmten Schwankungen unterworfen ist.

Ausführungsbeispiel:

Das erfindungsgemäße Verfahren soll durch folgendes Ausführungsbeispiel näher erläutert werden:

34,7 kg technisches Chloralhydrat mit einem Chloralgehalt von ca. 85 % werden bei 65°C in einem Rührbehälter mit 6 kg Harnstoff in 15,5 l Wasser (Temperatur der Harnstofflösung ca. 60-65°C) rasch verrührt. Nach einer Induktionsperiode von ca. 1-2 min steigt die Innentemperatur auf 75°C. Nach weiteren 2-3 min beginnt das Produkt auszufallen. Um eine hohe Ausbeute zu erzielen ist es zweckmäßig, die Reaktionsmischung in einen Nachreaktionsbehälter mit langsam laufendem Rührwerk zu überführen, von dem das Produkt nach mehreren Stunden (ca. 4-12 h) abgesaugt werden kann. Nach Trocknen auf 1,5 % Restfeuchte werden 30,5 kg (86 % d.Th.) Endprodukt erhalten, welches 96,1 % DCU und 0,09 % HCl enthält. Nach einmaligem Verrühren mit 12 l Wasser und erneutem Trocknen liegen 30,1 kg (84,9 % d.Th.) Produkt vor, mit einem DCU-Gehalt von 97,8 % und einem HCl-Gehalt < 0,05 %.

Von Nachteil ist aber der Umstand, daß der erstarrte Dichloral-harnstoff beträchtliche Mengen Verunreinigungen einschließt. Die Aufarbeitung der u.a. Monochloral-harnstoff, Ammoniumchlorid und Salzsäure enthaltenden teigigen Reaktionsmasse bereitet erhebliche Schwierigkeiten.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein einfaches, von technischem Chloralhydrat ausgehendes Verfahren zur Herstellung von mindestens 95 %igem Dichloral-harnstoff zu entwickeln, das sich insbesondere zur Wirkstoffherstellung für hochkonzentrierte Herbizidformulierungen eignet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man 1 Masseteil technisches Chloralhydrat mit 0,1 bis 0,3 Masseteilen Harnstoff in 0,3 bis 1 Masseteilen Wasser gelöst ist, bei Temperaturen zwischen 60°C und 80°C umsetzt und den auskristallisierenden Dichloral-harnstoff nach 3 bis 5 Stunden in bekannter Weise von der wäßrigen Phase abtrennt.

Als technisches Chloralhydrat wird in diesem Zusammenhang ein Produkt bezeichnet, das bei der Chlorierung von Ethanol bzw. Acetaldehyd entsteht und aus dem man durch Behandlung mit konz. H_2SO_4 Reinchloral gewinnt. Es enthält zwischen 75 und 90 % Chloral, das zum größten Teil als Hydrat vorliegt; bis zu 5 % HCl und maximal 10 % andere chlorierte aliphatische Verbindungen.

Besonders vorteilhaft ist es, technisches Chloralhydrat bei einer Temperatur zwischen 60°C und 80°C sehr schnell mit einer gesättigten wäßrigen Harnstofflösung zu einer homogenen Mischung zu ver-rühren und nach 3 bis 5 Stunden die wäßrige Phase vom ausfallenden Reaktionsprodukt abzutrennen.

Die wichtigsten Verunreinigungen wie HCl, NH_4Cl , Monochloral-harnstoff und nicht umgesetzte Ausgangsstoffe befinden sich im Filtrat der erhaltene Dichloral-harnstoff ist nach der Trocknung 96 %ig und hat einen HCl-Gehalt unter 0,15 Masseprozent.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Herstellung von Dichloralhydrat, insbesondere zur Zubereitung hochkonzentrierter Herbizidformulierungen, durch Umsetzung von Chloralhydrat und Harnstoff in Gegenwart von Wasser als Lösungsmittel, gekennzeichnet dadurch, daß man 1 Masseteil technisches Chloralhydrat mit 0,1 bis 0,3 Masseteilen Harnstoff, der in 0,3 bis 1 Masseteilen Wasser gelöst ist, bei Temperaturen zwischen 60 °C und 80 °C umsetzt und den auskristallisierenden Dichloralhydrat nach 3 bis 5 Stunden in bekannter Weise von der wäßrigen Phase abtrennt.