



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

231538
(11) (B1)

[22] Prihlášené 09 03 83
[21] [PV 1619-83]

[51] Int. Cl.³
C 07 C 69/612
(C 07 C 69/612,
69/635)
//A 01 N 37/10

[40] Zverejnené 15 02 84

[45] Vydané 15 12 86

(75)

Autor vynálezu

KOLLÁR JOZEF RNDr., ŠABÍK KOLOMAN ing., ŠALA

(54) Spôsob výroby metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej

1

Vynález rieši spôsob výroby metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej, ktorý je účinnou látkou progresívne využitelnou v poľnohospodárstve pri ochrane obilných kultúr.

Spôsob podľa vynálezu sa vykonáva tak, že sa pripraví zmes metylesteru kyseliny akrylovej, acetónu a katalyzátora mimo telesa reaktora, v reaktore sa vytemperuje na 40 °C a pridáva sa do nej p-chlorbenzéndiazóniumchlorid rýchlosťou odpovedajúcou udržaniu teploty v rozmedzí 40 až 55 °C. Po ukončení reakcie sa sústava ochladí, čím sa vytvoria dve vrstvy. Spodná vodná vrstva sa odpustí a horná obsahujúca organické látky sa podrobí ich separácii destiláciou.

2

Vynález sa týka spôsobu výroby metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej reakcie p-chlórbenzéndiazóniumchloridu a metylesteru kyseliny akrylovej v prostredí acetónu za prítomnosti katalyzátora chloridu meďnatého.

Metylester kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej sa môže použiť ako herbicíd.

V súčasnosti je známych niekoľko postupov na prípravu metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej. Ide hlavne o spôsob prípravy reakciou p-chlórbenzéndiazóniumchloridu s akrylonitrilom, čím sa získa nitril kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej, ktorý je potrebné hydrolyzovať a následne esterifikovať, čo si vyžaduje viacstupňové zariadenie. Zanedbateľnou nie je ani skutočnosť, že akrylonitril je podozrivý z karcinogenity.

Dalšou skupinou sú postupy založené na reakcii p-chlórbenzéndiazóniumchloridu s kyselinou akrylovou, čím sa získa kyselina 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionová, ktorá sa ešte esterifikuje metanolom. Tieto postupy sú založené na veľkom prebytku kyseliny akrylovej v reakčnom prostredí, pričom je k sústave ešte potrebné pridávať látky na úpravu pH, extrakčné činidlá a podobne.

Samostatnú skupinu tvoria procesy založené na priamej reakcii p-chlórbenzéndiazóniumchloridu s metylesterom kyseliny akrylovej. Tieto procesy pracujú ako šaržové, s veľkými molárnymi prebytkami metylesteru kyseliny akrylovej. Reagujúce zložky sa zmiešajú naraz.

Uvedené postupy aj keď zaručujú prípravu želateľnej látky, pri priemyselnom využití pre spomenuté už nevýhody spôsobujú značné obtiaže hlavne tým, že sa stávajú podľa doteraz používaných postupov viacstupňovými syntézami s nákladným zariadením a mnohými technologickými operáciami, pracujú pri veľkých prebytkoch rozpúšťadiel a jednej z reagujúcich látok a pri jednorázovom zmiešaní celých množstiev reagujúcich látok spôsobujú obtiaže s odvodom tepla a reguláciou technologického procesu.

Bol zistený nový spôsob na výrobu me-

tylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej. Spôsob podľa vynálezu sa vykonáva tak, že sa najskôr pripraví zmes metylesteru kyseliny akrylovej, acetónu a katalyzátora mimo telesa reaktora, v reaktore sa vyhreje na teplotu 40°C a potom sa do uvedenej už zmesi pridáva p-chlórbenzéndiazóniumchlorid rýchlosťou odpovedajúcou udržiavaniu teploty v rozmedzí 40 až 55 °C. Po ukončení reakcie sa zo sústavy o sebe známymi spôsobmi, t. j. delením fáz a destiláciou izoluje finálny produkt.

Výhoda nového spôsobu podľa vynálezu spočíva v priamej syntéze príslušných látok, ktorá je priemyselne ľahko realizovateľná, nenáročná na zariadenie, s ľahkou reguláciou celej syntézy.

Dalšou výhodou je, že sa uskutočňuje pri ekvimolárnych množstvách reagujúcich látok, alebo s nižšími prebytkami jednej z nich, ako doterajšie postupy.

Spôsob výroby metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej podľa vynálezu objasňuje, avšak neobmedzuje nasledovný príklad:

Do reaktora opatreného duplikátorom a miešadlom sa vpraví 103 kg, t. j. 1,2 kmol metylesteru kyseliny akrylovej, 128,1 l acetónu, 6,3 kg 40%-ného vodného roztoku dihydrátu chloridu meďnatého a vytemperuje sa na 40 °C.

Po dosiahnutí uvedenej teploty sa začne dávkovať vodný roztok p-chlórbenzéndiazóniumchloridu tak, aby teplota v reaktore neprekročila hranicu 55 °C. Reakčná zmes sa ustavične mieša a priebeh reakcie sa kontroluje podľa množstva uvoľneného dusíka. Po pridaní celého množstva p-chlórbenzéndiazóniumchloridu, čo je 174,83 kg, t. j. kmol, sa sústava za stáleho miešania udržiava na uvedenej teplote ešte 30 až 40 minút, ochladí sa, čím sa vytvoria dve fázy. Vodná vrstva sa odpustí a horná organická vrstva sa podrobí separácii destiláciou, počas ktorej sa oddelí metylester kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej od nezreagovaného acetónu a metylesteru kyseliny akrylovej, ktoré sa vracajú späť do procesu. Výsledný produkt sa získa vo výťažku min. 95 %.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby metylesteru kyseliny 2-chlór-3-(chlórphenyl)propionovej reakciou p-chlórbenzéndiazóniumchloridu s metylesterom kyseliny akrylovej vo vodnoacetónovom prostredí za prítomnosti katalyzátora, najmä chloridu meďnatého pri teplotách 10 až 60 stupňov Celsia, vyznačujúci sa tým, že sa pripraví roztok 1 až 1,3 kmol metylesteru

kyseliny akrylovej, 2,2 až 2,9 kmol acetónu, 0,01 až 0,04 kmol dihydrátu chloridu meďnatého mimo telesa reaktora, potom sa do uvedenej už zmesi vyhriatej v reaktore na 40 °C pridáva p-chlórbenzéndiazóniumchlorid rýchlosťou odpovedajúcou udržiavaniu teploty v rozmedzí 40 až 55 °C.