

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48127

Patent dodatkowy
do patentu 47442

Zgłoszone: 21. XI. 1962 (P 100 129)

Pierwszeństwo: 24. II. 1962 Niemiecka
Republika Federalna

Opublikowane: 18. V. 1964

Kl. 12 o 14

MKP C 07 c 69/76

UKD

Właściciel patentu: Chemische Werke Witten G. m. b. H., Witten/
Ruhr (Niemiecka Republika Federalna)



Sposób wytwarzania chlorków półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych

1

W patencie głównym nr 47442 opisany jest sposób wytwarzania chlorków półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych, zwłaszcza kwasu izo- i tereftalowego, wyróżniający się tym, że odpowiednie estry kwasu tróchlorometylobenzoesowego z pierwszorzędowymi, nasyconymi, alifatycznymi alkoholami zawierającymi do 5 atomów węgla, poddaje się reakcji z równocząsteczkowymi ilościami odpowiednich kwasów metylobenzoesowych w obecności 0, 01%-wagowych chlorku żelazowego, podgrzewając do wyższych temperatur, a mieszaninę chlorku półestru kwasu benzenodwukarboksylowego i chlorku kwasu metylobenzoesowego rozdziela się przez destylację, po czym otrzymany chlorek kwasu metylobenzoesowego przeprowadza się w znany sposób w chlorek tróchlorometylobenzoilowy, a następnie w ester kwasu tróchlorometylobenzoesowego i zwraca ten związek do procesu.

Według patentu głównego najkorzystniej jest stosować do reakcji estry metylowe kwasów tróchlorometylobenzoesowych i prowadzić proces przy temperaturach 100–160°C, korzystnie w temperaturach 120–130°C.

Stwierdzono, że można wytwarzać z dobrą wydajnością chlorki półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych ewentualnie podstawionych chlorem, zwłaszcza chlorki półestrów kwasu izo- i tereftalowego, jeśli estry kwasu tróchlorometylobenzoesowego pierwszorzędowych, nasyconych, alifatycz-

2

nych alkoholi zawierających do 5 atomów węgla albo ich pochodne podstawione chlorem w pierścieniu oraz równocząsteczkowe ilości odpowiednich kwasów metylobenzoesowych, poddaje się reakcji, podgrzewając do wyższych temperatur, zwłaszcza 100–160°C, a korzystnie 120–130°C, przy czym zamiast chlorku żelazowego stosuje się jako katalizator 0,01–1% wagowych koordynacyjnie nienasyconych nieorganicznych związków chlorowcowych.

W przypadku wytwarzania chlorków półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych podstawionych chlorem, można prowadzić reakcję również celowo w obecności chlorku żelazowego.

Według wynalazku jako estry można stosować, estry pierwszorzędowych, nasyconych, alifatycznych alkoholi, np. estry metylowe, etylowe, propylowe, butylowe i amylowe.

Jako katalizatory przy wytwarzaniu chlorków półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych ewentualnie podstawionych chlorem w pierścieniu można stosować chlorek żelazowy, pięciochlorek antymonu, fluorek boru i inne.

Otrzymane sposobem według wynalazku chlorki półestrów stanowią wartościowe produkty przejściowe przy wyrobie tworzyw sztucznych przez polikondensację.

Przykład I. 127 części wagowych estru metylowego kwasu p-tróchlorometylobenzoesowego i 68 części wagowych kwasu p-toluilowego ogrzewa się mieszając wraz z dodatkiem 0,2 części wagowych pię-

ciochloru antymonu (co odpowiada 0,1% wagowych), przy czym kwas toluilowy topi się w estrze kwasu tróchlorometylobenzoowego. W temperaturze około 80°C zaczyna się energiczne odszczepianie chlorowodoru, które kończy się po pół godziny, w którym to czasie temperatura reakcji podwyższa się do 120°C. Przy destylacji mieszaniny reakcyjnej w próżni 12 mm Hg przechodzi w zakresie temperatur 98–100°C 74 części wagowych chloru kwasu p-toluilowego, co odpowiada 95% wydajności teoretycznej. Następnie przechodzi po krótkiej frakcji pośredniej w temperaturze 145°C 87 części wagowych chloru estru metylowego kwasu tereftalowego, o temperaturze topnienia 54°C, co odpowiada wydajności 88%.

Przykład II. 144 części wagowych estru metylowego kwasu p-chloro-m-tróchlorometylobenzoowego ogrzewa się z 85 częściami wagowymi kwasu 4-chloro-3-metylobenzoowego z dodatkiem 0,25 części wagowych chloru żelazowego przez 3 godziny do temperatury 120–130°C aż do zakończenia wydzielania się chlorowodoru. Następnie poddaje

się mieszaninę reakcyjną destylacji próżniowej, przy czym po przedgonie w ilości 81 części wagowych chloru 4-chloro-3-metylobenzoilowego, destyluje w próżni przy ciśnieniu 18 mm Hg i przy temperaturze 178–180°C 85 części wagowych chloru estru metylowego kwasu 4-chloro-izoftalowego, co odpowiada 75% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania chlorów półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych według patentu nr 47442, znamieny tym, że estry kwasów tróchlorometylobenzoowych, które są ewentualnie podstawione w rdzeniu chlorem, poddaje się reakcji w obecności 0,01–1% wagowych nienasyconych nieorganicznych związków chlorowców jako katalizatorów.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że estry kwasu tróchlorometylobenzoowego podstawionego chlorem w rdzeniu poddaje się reakcji w obecności chloru żelazowego.