ČESKÁ A SLOVENSKÁ FEDERATÍVNA REPUBLIKA
(19)

FEDERÁLNY ÚRAD PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU
K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

272 750

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.[5]
C 07 C 233/07

(21) PV 6400-89.R
(22) Prihlásené 13 11 89

(40) Zverejnené 14 05 90
(45) Vydané 25 11 91

(75) Autor vynálezu
BEŠKA EMANUEL ing. CSc.,
KONEČNÝ VÁCLAV RNDr. CSc., BRATISLAVA
HRUŠOVSKÝ DUŠAN RNDr., ŠAHY,
TULEJA JURAJ ing. CSc.,
KUBALA VOJTECH ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilidu.

(57) Riešenie sa týka spôsobu prípravy herbicídu metolachlóru hydrogenačnou alkyláciou 2-etyl-6-metyl-anilínu metoxypropanónom v prostredí 1-metoxy-2-propanolu ako rozpúšťadla, v prítomnosti platinového hydrogenačného katalyzátora a kyseliny chlorovodíkovej ako protónového katalyzátora v množstve 6,1 až 27 % hmotnostných v prepočte na použitý 2-etyl-6-metylanilín a reakciou výsledného produktu, ktorý po izolácii použitého platinového hydrogenačného katalyzátora, vody, rozpúšťadla a nezreagovaného metoxypropanónu pozostáva z 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu a z 2-etyl-6-metyl N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilín hydrochloridu, s chlóracetylchloridom v molárnom pomere 1:1,1 až 2 v prostredí inertného organického rozpúšťadla vybraného zo skupiny zahrňujúcej alifatické, cykloalifatické a aromatické uhľovodíky. Kyselina chlorovodíková ako protónový katalyzátor sa môže použiť v plynnej forme alebo absorbovaná v 1-metoxy-2-propanole, v zmesi 1-metoxy-2-propanolu a 2-etyl-6-metylanilínu alebo v zmesi 1-metoxy-2-propanolu, 2-etyl-6-metylanilínu a metoxypropanónu. Časť chlorovodíka vzniknutého v stupni chlóracetylácie sa môže vracať do procesu hydrogenačnej alkylácie 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom ako protónový katalyzátor.

CS 272750 B1

Vynález sa týka spôsobu prípravy 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilidu, ktorý je známy ako herbicíd pod všeobecným názvom metolachlor.

Je známe, že 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilid je možné pripraviť reakciou 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu s chlóracetylačným činidlom ako je anhydrid alebo halogenid kyseliny chlóroctovej /CS 169 841/.

Východiskový 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín je možné pripraviť kondenzáciou 2-etyl-6-metylanilínu s metoxypropanónom a súčasnou alebo následnou hydrogenáciou vznikajúceho 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propylidén/anilínu v prostredí rozpúšťadla v prítomnosti platinového /US 4200 451, DE 2 328 340/, paládiového /CS 169 841/ alebo mednatochromitého /PV 9675-87/ hydrogenačného katalyzátora a v prítomnosti protónového katalyzátora ako je kyselina sírová /DE 2 328 340, US 4200 451, CS 169 841, PV 393-89/, kyselina octová /CS 219 856/, 2-metyl-6-etylanilín hydrochlorid, 2-metyl-6-etylanilín semihydrogénsulfát, 2-metyl-6-etylanilín trihydrogénfosfát, 2-metyl-6-etyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín hydrochlorid, 2-metyl-6-etyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín dihydrogénsulfát, 2-metyl-6-etyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín di-/trihydrogénfosfát /PV 4267-88/, kyselina trihydrogénfosforečná alebo kyselina chlorovodíková použitá v množstve 0,5 až 6,0 % hmotnostných vzhľadom na použitý 2-etyl-6-metylanilín /AO 4266-88, AO 4268-88, AO 4269-88, AO 393-89/. Z uvedených protónových katalyzátorov sa z prevádzkového hľadiska javí najvýhodnejším kyselina chlorovodíková, ktorá však v množstvách 0,5 až 6,0 % hmotnostných vzhľadom na použitý 2-etyl-6-metylanilín nezabezpečuje žiaduci a technicky možný stupeň konverzie, vyžaduje si dlhšiu reakčnú dobu, prípadne použitie väčších množstiev platinového hydrogenačného katalyzátora. Nevyhnutné je pritom dbať, aby použitý protónový katalyzátor bol vysoko čistý z toho dôvodu, aby sa do hydrogenačného procesu nevnášali inhibitory hydrogenačných katalyzátorov, najmä ióny ťažkých kovov. Po skončení hydrogenácie je časť výsledného 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu naviazaná na prítomnú kyselinu vo forme kvartérnej soli, pričom sú známe viaceré spôsoby jej využitia, prípadne izolácie. V AO 4269-88 a AO 393-89 sa navrhuje recyklácia izolovanej kvartérnej soli ako protónového katalyzátora do ďalšieho cyklu hydrogenačnej alkylácie. Významnou nevýhodou týchto riešení je, že v dôsledku korózie technologického zariadenia dochádza postupne k zvýšeniu koncentrácie ťažkých kovov v protónovom katalyzátore, čo vedie k zníženiu aktivity hydrogenačného katalyzátora v ďalšom cykle a k jeho vyššej spotrebe alebo k predlžovaniu reakčnej doby. Podľa DE 2 328 340 je možné postupovať tak, že sa pridaním trietylamínu k reakčnej zmesi kyselina použitá ako protónový katalyzátor vyzráža vo forme trietylamóniovej soli, ktorá sa odfiltruje. Nevýhoda tohoto riešenia spočíva v tom, že trietylamín je nevyhnutné regenerovať pomocou vodného roztoku anorganickej bázy, čo je spojené s tvorbou odpadových vôd so značným obsahom solí. Spôsob podľa US 4 200 451 spočíva v tom, že výsledná reakčná zmes z hydrogenačnej alkylácie sa priamo destiluje za vákua bez izolácie kyseliny sírovej použitej vo funkcii protónového katalyzátora. Nedostatkom tohoto postupu je, že kyselina sírová pôsobí pri teplote destilácie ako sulfonačné činidlo, čím dochádza k stratám na žiadanom produkte. Postupovať je možné napokon i tak, že po zahustení výslednej reakčnej zmesi z hydrogenačnej alkylácie a po oddelení hornej vrstvy reakčného produktu podľa AO 4269-88 alebo AO 393-89 sa spodná vrstva kvartérnej soli už ďalej nespracováva ale sa zlikviduje napr. spálením, čo však tiež zvyšuje prevádzkové náklady a znižuje stupeň využitia východiskových surovín.

Uvedenými postupmi vyrobený výsledný 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín sa pred ďalším spracovaním na 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilid reakciou s chlóracetylačným činidlom destiluje za vákua, čím vzrastajú investičné náklady a spotreba energií.

Reakciu 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu s chlóracetylačným činidlom, najmä chlóracetylchloridom, za účelom prípravy 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilidu je možné uskutočňovať buď v prítomnosti alebo v neprítomnosti anorga-

nickej bázy ako sú hydroxidy, uhličitany alebo hydrogénuhličitany alkalických kovov, alebo alkalických zemín vo vodnom alebo v bezvodom prostredí /US 4 200 451, CS 227 535, CS 169 841/. Významnou nevýhodou týchto spôsobov je, že pri nich vznikajú veľké množstvá odpadových solí v tuhej forme alebo vo forme vodných roztokov, čo zhoršuje ekologické charakteristiky procesu. Tento problém zdanlivo rieši použitie organických báz ako je trietylamín, pyridín a niektoré ďalšie /CS 169 841/, pri ktorom je však zase nevyhnutná regenerácia použitej organickej bázy. Reakciu je možné uskutočniť aj bez akceptora pri nej vznikajúceho chlórovodíka v inertnom organickom rozpúšťadle tak, že sa plynný chlórovodík zachytáva vo vode. Reakcia 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu s chlóracetylchloridom v približne ekvimolárnych množstvách prebieha však relatívne pomaly, vyžaduje si dlhšiu reakčnú dobu a je sprevádzaná nežiadúcou tvorbou väčších množstiev živičnatých produktov. Tento nedostatok čiastočne odstraňuje spôsob podľa CS 226 439 založený na reakcii izolovaného 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu s chlóracetylchloridom použitým v 1 až 19 násobnom molárnom prebytku, pričom chlóracetylchlorid plní v procese i úlohu rozpúšťadla. Jeho nevýhodou je, že pri ňom reakcia nemá jednoznačný priebeh. Vzniká pri ňom veľké množstvo vedľajšieho produktu 2-etyl-6-metyl-N-/1'-chlór-2'-propyl/-chlóracetanilidu, ktorý sa nedá od reakčného produktu oddeliť, čo má za následok nižší výťažok produktu pri nevyhovujúcej kvalite.

Uvedené nedostatky v rozhodujúcom rozsahu odstraňuje spôsob prípravy 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/chlóracetanilidu hydrogenačnou alkyláciou 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom v molárnom pomere 1 : 1,1 až 2 v prostredí 1-metoxy-2-propanolu ako rozpúšťadla, v prítomnosti platinového hydrogenačného katalyzátora a kyseliny chlorovodíkovej ako protónového katalyzátora pri teplote 20 až 100 °C a tlaku vodíka 0,1 až 7,0 MPa, prípadne s vracaním použitého hydrogenačného katalyzátora, 1-metoxy-2-propanolu a nezreagovaného metoxypropanónu izolovaných z výslednej reakčnej zmesi, do ďalšieho cyklu hydrogenačnej alkylácie a reakciou získaného 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu s chlóracetylchloridom pri teplote od 70 °C do varu reakčnej zmesi pod spätným chladičom podľa vynálezu. Podstata vynálezu spočíva v tom, že v stupni hydrogenačnej alkylácie 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanonom sa kyselina chlórovodíková ako protónový katalyzátor použije v množstve 6,1 až 27 % hmotnostných v prepočte na použitý 2-etyl-6-metylanilín a výsledný reakčný produkt, ktorý po izolácii použitého platinového hydrogenačného katalyzátora, vody, rozpúšťadla a nezreagovaného metoxypropanonu pozostáva z 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu a z 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu hydrochloridu sa bez ďalších čistiacich operácií nechá reagovať s chlóracetylchloridom v prostredí inertného organického rozpúšťadla v molárnom pomere 1 : 1,1 až 2. Ako inertné organické rozpúšťadlo sú vhodné alifatické, cykloalifatické a aromatické uhľovodíky ako heptán, oktán, cyklohexán, zmesi uhľovodíkov v benzínových frakciách, výhodne s teplotou varu v rozmedzí 80 až 110 °C, benzén, toluén.

Je výhodné, ak sa kyselina chlórovodíková použije v plynnej forme, alebo absorbovaná v 1-metoxy-2-propanole, v zmesi 1-metoxy-2-propanolu a 2-etyl-6-metylanilínu alebo v zmesi 1-metoxy-2-propanolu, 2-etyl-6-metylanilínu a metoxypropanónu. Časť bezvodého chlorovodíka vznikajúceho v stupni reakcie zmesi 2-etyl-6-metyl-N-/1 -metoxy-2'-propyl/ anilínu a jeho hydrochloridu s chlóracetylchloridom je výhodné vracať do procesu hydrogenačnej alkylácie 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom ako protónový katalyzátor. Ostatný vznikajúci plynný chlórovodík je možné použiť na prípravu koncentrovanej chlórovodíkovej kyseliny absorpciou vo vode alebo priamo plniť do tlakových fliaš. Spôsob podľa vynálezu je možné uskutočňovať diskontinuitne, kontinuitne alebo tak, že stupeň hydrogenačnej alkylácie sa vedie diskontinuitne a stupeň chlóracetylácie kontinuitne. Pri kontinuitnom vedení chlóracetylácie je možné postupovať napríklad tak, že sa zmes 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu a jeho hydrochloridu a chlóracetylchlorid súčasne dávkujú do reaktora vyhriateho na reakčnú teplotu, skladajúceho sa z jedného až troch stupňov zapojených do kaskády, 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-N-/1'-metoxy--2'-pro-

pyl/ chlóracetanilid sa izoluje z výslednej reakčnej zmesi odparením rozpúšťadla, premytím vodou a/alebo vodným roztokom alkálie pri teplote až do 90 °C a prečistením destiláciou.

Spôsob podľa vynálezu má viaceré významné výhody v porovnaní so známymi spôsobmi. Použitie chlórovodíkovej kyseliny ako protónového katalyzátora v stupni hydrogenačnej alkylácie v množstve 6,1 až 27,0 % hmotnostných v prepočte na použitý 2-etyl-6-metyl-anilín umožňuje neočakávane zvýšiť stupeň konverzie reagujúcich zložiek a tým i čistotu produktu pri skrátení doby reakcie a znížení množstva potrebného platinového hydrogenačného katalyzátora. Použitie zmesi 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu a jeho hydrochloridu do reakcie s chlóracetylchloridom umožňuje vypustiť investične, energeticky i prevádzkove náročnú operáciu vákuovej destilácie reakčného produktu predtým zbaveného použitého platinového hydrogenačného katalyzátora a prchavých podielov ktoré tvorí voda, 1-metoxy-2-propanol a nezreagovaný metoxypropanón a efektívnejšie využiť vstupné suroviny, pri získaní produktu o vysokej čistote.

Príklad 1

Do 750 ml teflonového autoklávu s magnetickým miešadlom sa predložilo 60,0 g 2-etyl-6-metylanilínu, 49,0 g metoxypropanónu, 90 g 1-metoxy-2-propanolu, 17,6 g nasýteného roztoku chlórovodíka v 1-metoxy-2-propanole a 300 mg platinového katalyzátora s obsahom 3 % platiny na aktívnom uhlí. Zmes sa hydrogenovala pri 55 °C a tlaku 3 MPa počas 3 hodín. Po ukončenej reakcii sa zmes ochladila, platinový katalyzátor sa odfiltroval a z filtrátu sa oddestilovala reakčná voda, nezreagovaný metoxypropanón a 1-metoxy-2-propanol. Získaná zmes obsahujúca 74,4 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu a 25,6 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilín hydrochloridu sa spolu so 180 ml toluénu preniesla do banky opatrenej miešadlom, teplomerom a prikvapkávacím lievikom. Za chladenia sa pri 20 až 30 °C dávkoval chlóracetylchlorid, v množstve 100,3 g. Potom sa zmes vyhriala do refluxu, pri ktorom sa udržiavala 1 hodinu, kedy vývin chlórovodíka skončil. Prebytočný nezreagovaný chlóracetylchlorid sa spolu s toluénom oddestiloval za zníženého tlaku. K destilačnému zvyšku sa pridal toluén a 5 %-ný roztok hydroxidu sodného tak, aby sa pH reakčnej zmesi udržiavalo na 8. Zmes sa miešala pri 60 °C. Po premytí vodou sa organická vrstva ochladila, oddelila, vysušila a za vákua zahustila. Produkt sa predestiloval pri 144 °C/3,4 Pa. Získalo sa 117,5 g /93,3 % teórie/ 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2 -propyl/ chlóracetanilidu.

Plynný chlórovodík, vznikajúci pri reakcii sa odoberal z hornej časti spätného chladiča a odvádzal sa do absorpcie v 1-metoxy-2-propanole za vzniku nasýteného roztoku /s obsahom 20,8 % hmotnostných chlórovodíka pri 20 °C/. Zvyšná časť chlórovodíka sa absorbovala vo vode.

Zmes toluénu a chlóracetylchloridu z destilácie sa použila v nasledujúcom cykle chlóracetylácie.

Príklad 2

Roztok pripravený zo 60,0 g 2-etyl-6-metylanilínu a 130 g 1-metoxy-2-propanolu sa sýtil 16,0 g plynného chlorovodíka. Potom sa zmes preniesla do hydrogenačného autoklávu, pridalo sa 52,9 metoxypropanónu a 350 mg platinového katalyzátora s obsahom platiny 3 % na aktívnom uhlí ako nosiči. Zmes sa hydrogenovala 3,5 hodiny pri 60 °C a tlaku 2 MPa. Po ukončenej hydrogenácii sa platinový katalyzátor odsal a z filtrátu sa pri zníženom tlaku oddestilovalo rozpúšťadlo. Po ochladení destilačný zvyšok zkryštalizoval. Obsahoval 108,1 g zmesi o zložení 7,9 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu a 92,1 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín hydrochloridu. K zmesi sa pridalo 300 ml toluénu, pričom sa destilačný chladič vymenil za spätný. K suspenzii sa za miešania a chladenia dávkovalo 100,3 g chlóracetylchloridu počas 30 minút a zmes sa refluxovala ešte 1 hodinu. Potom sa oddestiloval nezreagovaný chlóracetylchlo-

rid spolu s časťou toluénu čím sa zmes zahustila na polovičný objem. Po ochladení sa zahustená reakčná zmes premývala 10 %-ným uhličitanom sodným a vodou. Z organickej vrstvy sa oddestiloval toluén za zníženého tlaku 13 kPa. Produkt 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/-chlóracetanilid destiloval pri 142 °C/3 Pa v množstve 116,8 g /92,7 % teórie/. Časť plynného chlórovodíka unikajúceho z reakčného priestoru pri chloracetylácii sa odvádzala a absorbovala v zmesi 2-etyl-6-metylanilínu a 1-metoxy-2-propanolu tak, aby sa získal roztok potrebnej koncentrácie do nasledujúceho stupňa hydrogenačnej alkylácie. Zvyšný chlórovodík sa absorboval vo vode.

Príklad 3

V zmesi 60,0 g 2-etyl-6-metylanilínu a 131 g 1-metoxy-2-propanolu sa absorbovalo 6,0 g plynného chlórovodíka. Po pridaní 47,0 g metoxypropanónu a 120 mg platinového katalyzátora na aktívnom uhlí a s obsahom platiny 5 % sa zmes hydrogenovala pri 40 °C a tlaku vodíka 7,0 MPa po dobu 3,5 hodín.

Po ukončenej hydrogenácii sa zmes ochladila, platinový katalyzátor sa odfiltroval a filtrát sa zahustil, nakoniec za vákua. Destilačný zvyšok v množstve 98,1 g predstavoval zmes o zložení 59,1 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu a 40,9 % hmotnostných 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilín hydrochloridu. K zmesi sa pridalo 150 ml cyklohexánu a za miešania sa z prikvapkávacieho lievika pridával chlóracetylchlorid v množstve 57,7 g. Teplota reakčnej zmesi sa chladením udržiavala pri 30 až 40 °C.
Po vydávkovaní chlóracetylchloridu sa reakčná zmes vyhriala do refluxu, ktorý sa udržiaval ešte 2 hodiny. Po ukončení vývinu chlórovodíka sa z reakčnej zmesi najskôr oddestilovala tretina toluénu spolu s nezreagovaným chlóracetylchloridom a po ochladení sa premývala vodou a roztokom uhličitanu sodného. Po oddestilovaní rozpúšťadla destiloval za vákua produkt pri t. v. 148 °C/4 Pa. Získalo sa 117,7 g /93,4 % teórie/ 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/-chlóracetanilidu ako bledožltej viskóznej kvapaliny. Plynný chlórovodík, ktorý sa pri chlóracetylácii uvoľňoval, sa odvádzal čiastočne na adsorbciu do roztoku 2-etyl-6-metylanilínu v 1-metoxy-2-propanole a zvyšok sa absorboval vo vode.

Príklad 4

Zmes 60,0 g 2-etyl-6-metylanilínu, 131 g 1-metoxy-2-propanolu, 45,0 g metoxypropanónu a 225 mg platinového katalyzátora s nosičom aktívnym uhlím a obsahom 3 % platiny sa nasýtila s 3,7 g plynného chlórovodíka. Teplota zmesi pritom vystúpila na 40 °C. Zmes sa ihneď preliala do teflónového autoklávu s magnetickým miešadlom a hydrogenovala sa po dobu 3,5 hodiny pri 50 °C a tlaku vodíka 5,0 MPa. Reakčná zmes sa po ukončenej hydrogenácii ochladila, platinový katalyzátor sa odfiltroval, filtrát sa zahustil, nakoniec za vákua. Destilačný zvyšok v množstve 93,7 g tvorila zmes 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu a 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín hydrochloridu.
Zmes sa preniesla do banky opatrenej spätným chladičom, prikvapkávacím lievikom a teplomerom. Ako rozpúšťadlo sa použilo 250 ml benzínovej frakcie s teplotou varu 80 až 110 °C. Do reakčnej zmesi sa dávkoval chlóracetylchlorid v celkovom množstve 55,2 g bez chladenia tak, že sa teplota suspenzie zvyšovala samovoľne na 50 °C. Po ukončenom dávkovaní sa zmes vyhriala pri teplote refluxu počas 2 hodín, kedy vývin chlórovodíka skončil. Zvyšok sa ochladil, premýval 5 % roztokom hydroxidu sodného a vodou. Potom sa oddestilovalo rozpúšťadlo, nakoniec za vákua. Zvyšok sa podrobil vákuovej destilácii, 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/-chlóracetanilid destiloval pri 142 °C/3 Pa. Získal sa vo výťažku 134,9 g /95,2 % teórie/.

Z chlóracetylácie uvoľňovaný reakčný chlórovodík sa odoberal v hornej časti spätného chladiča a absorboval sa v reakčnej zmesi do hydrogenačnej alkylácie.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob prípravy 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ chlóracetanilidu hydrogenačnou alkyláciou 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom v molárnom pomere 1 : 1,1 až 2 v prostredí 1-metoxy-2-propanolu ako rozpúšťadla, v prítomnosti platinového hydrogenačného katalyzátora a kyseliny chlórovodíkovej ako protónového katalyzátora pri teplote 20 až 100 °C a tlaku vodíka 0,1 až 7,0 MPa, prípadne s vracaním použitého hydrogenačného katalyzátora, 1-metoxy-2-propanolu a nezreagovaného metoxypropanónu, izolovaných z výslednej reakčnej zmesi, do ďalšieho cyklu hydrogenačnej alkylácie a reakciou získaného 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilínu s chlóracetylchloridom pri teplote od 70 °C do varu reakčnej zmesi pod spätným chladičom, vyznačujúci sa tým, že v stupni hydrogenačnej alkylácie 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom sa kyselina chlórovodíková ako protónový katalyzátor použije v množstve 6,1 až 27 % hmotnostných v prepočte na použitý 2-etyl-6-metylanilín a výsledný reakčný produkt, ktorý po izolácii použitého platinového hydrogenačného katalyzátora, vody, rozpúšťadla a nezreagovaného metoxypropanónu pozostáva z 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu a z 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilín hydrochloridu sa nechá reagovať s chlóracetylchloridom v molárnom pomere 1 : 1,1 až 2 v prostredí inertného organického rozpúšťadla vybraného zo skupiny zahrňujúcej alifatické, cykloalifatické a aromatické uhľovodíky.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že kyselina chlórovodíková sa ako protónový katalyzátor použije v plynnej forme alebo absorbovaná v 1-metoxy-2-propanole, v zmesi 1-metoxy-2-propanolu a 2-etyl-6-metylanilínu alebo v zmesi 1-metoxy-2-propanolu, 2-etyl-6-metylanilínu a metoxypropanónu.

3. Spôsob podľa bodu 1 a 2, vyznačujúci sa tým, že časť bezvodého chlórovodíka vznikajúceho v stupni reakcie zmesi 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/ anilínu a 2-etyl-6-metyl-N-/1'-metoxy-2'-propyl/anilín hydrochloridu s chlóracetylchloridom sa vracia do procesu hydrogenačnej alkylácie 2-etyl-6-metylanilínu metoxypropanónom ako protónový katalyzátor.