



C07c 69/76

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 48108

Kl. 12 o, 14
Kl. internat. C 07 c

Chemische Werke Witten G.m.b.H.

Witten, Niemiecka Republika Federalna

Sposób wytwarzania chlorków półestrów ewentualnie podstawionych chlorem kwasów benzenodwukarboksylowych

Patent dodatkowy do patentu nr 47441

Patent trwa od dnia 18 grudnia 1962 r.

Pierwszeństwo: 24 lutego 1962 r. (Niemiecka Republika Federalna)

W patencie nr 47441 zastrzeżono sposób wytwarzania chlorków półestrów ewentualnie podstawionych chlorem kwasów benzenodwukarboksylowych, wyróżniający się tym, że odpowiednie estry kwasu tróchlorometylobenzoowego pierwszorzędowych, nasyconych alifatycznych alkoholi zawierających do 5 atomów węgla poddaje się reakcji w podwyższonej temperaturze z kwasem mono-dwu- lub tróchlorooctowym w obecności 0,01—1% wagowych chlorku żelazowego.

Szczególnie stosuje się estry metylowe kwasów tróchlorometylobenzoowych, a reakcję prowadzi się w temperaturach od 50—160°C, a zwłaszcza w temperaturach od 100—130°C.

Obecnie stwierdzono, że chlorki półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych ewentualnie podstawionych chlorem, zwłaszcza kwasów izo- i tereftalowego według patentu nr 47441

można otrzymywać z dobrą wydajnością, jeśli zamiast chlorku żelazowego jako katalizatora, prowadzi się reakcję odpowiedniego estru kwasu tróchlorometylobenzoowego, pierwszorzędowych, nasyconych, alifatycznych alkoholi zawierających do 5 atomów węgla w obecności 0,01—1% wagowych koordynacyjnie nienasyconych nieorganicznych związków chlorowcowych jako katalizatorów.

Jako estry wchodzi według wynalazku w rachubę estry pierwszorzędowych, nasyconych, alifatycznych alkoholi, na przykład estry metylowe, etylowe, propylowe, butylowe i amylowe. Pierwszeństwo mają estry metylowe. Jako katalizatory wchodzi w rachubę pięciochlorek antymonu, chlorek cynku, chlorek glinu, fluorek boru i inne.

Otrzymane sposobem według wynalazku chlorki półestrów stanowią wartościowe pro-

dukty przejściowe do wyrobu tworzyw sztucznych przez polikondensację.

Przykład I. 127 części wagowych estru kwasu p-tróchlorometylobenzoowego miesza się z 47,3 częściami wagowymi kwasu monochlorooctowego z dodatkiem 0,15 części wagowych pięciochlorku antymonu. Po dodaniu katalizatora odbywa się już w temperaturze pokojowej powolne odszczepianie chlorowodoru. Celem przyspieszenia reakcji, mieszaninę reagującą ogrzewa się do temperatury 80°C, przez co odszczepianie chlorowodoru następuje bardzo energicznie, tak iż reakcja kończy się po pół godzinie. Przy destylacji otrzymano 53 g chlorku chloroacetylowego i 92 g chlorku estru metylowego kwasu tereftalowego, co odpowiada wydajności 93,6%. Ester metylowy kwasu tróchlorometylobenzoowego wytworzono jak w przykładzie I patentu głównego.

Przykład II. 127 części wagowych estru metylowego kwasu m-tróchlorometylobenzoowego ogrzewa się z 47,3 częściami wagowymi kwasu monochlorooctowego z dodatkiem 0,15 części wagowych świeżo stopionego chlorku cynkowego w ciągu 1¼ godziny do temperatury 140°C aż do ukończenia wydzielania się chlorowodoru. Przez destylację mieszaniny reakcyjnej z dodatkiem 0,5 części wagowych dwuetyloamidu kwasu laurynowego uzyskuje się 47 części wagowych chlorku chloroacetylowego i 78 części

wagowych chlorku estru metylowego kwasu izoftalowego, co odpowiada wydajności 81%. Ester metylowy kwasu m-tróchlorometylobenzoowego otrzymuje się z estru metylowego kwasu m-toluilowego według przykładu I.

Przykład III. 127 części wagowych estru metylowego kwasu p-tróchlorometylobenzoowego ogrzewa się z 47,3 częściami wagowymi kwasu monochlorooctowego z dodatkiem 0,3 części wagowych bezwodnego chlorku glinu w ciągu 6 godzin do temperatury 180°C, aż do ustania odszczepiania się chlorowodoru. Przy destylacji otrzymuje się 29 części wagowych chlorku chloroacetylowego i 47 części chlorku estru metylowego kwasu tereftalowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania chlorków półestrów kwasów benzenodwukarboksylowych, ewentualnie podstawionych chlorem, według patentu nr 47441 znamienny tym, że reakcję odpowiedniego estru kwasu tróchlorometylobenzoowego prowadzi się zamiast w obecności chlorku żelazowego w obecności 0,01—1% wagowych koordynacyjnie nienasyconego nieorganicznego związku chlorowcowego jako katalizatora.

Chemische Werke
Witten G.m.b.H.
Zastępca dr Andrzej Au
rzecznik patentowy