



229736

229736

PATENTE DE INTRODUCCION

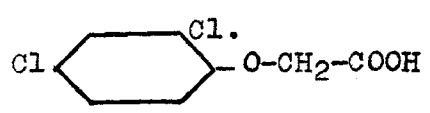
por 10 años

por "UN PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA OBTENER UN ETER HALOFENIL METILENCARBOXILICO", a favor de Don José-Javier Clúa Dominguez, de nacionalidad española, domiciliado en Barcelona, calle de Santaló, números 19 y 21, 4ª, 2ª.

=====

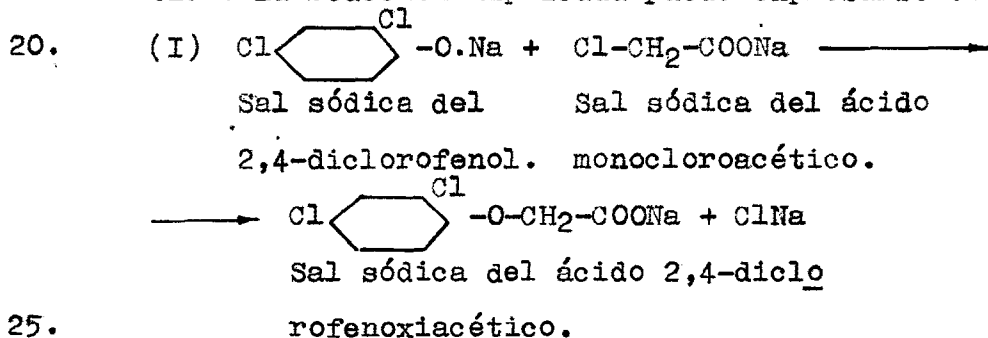
MEMORIA DESCRIPTIVA

El procedimiento que por esta patente se divulga en España y que a continuación se describe, se refiere a la obtención de un compuesto químico, cuya estructura es la de un éter halofenil metilencarboxílico, que se conoce
5. por los nombres de éter diclorofenil metilencarboxílico y de ácido 2,4-diclorofenoxiacético, cuya fórmula desarrollada es la siguiente:

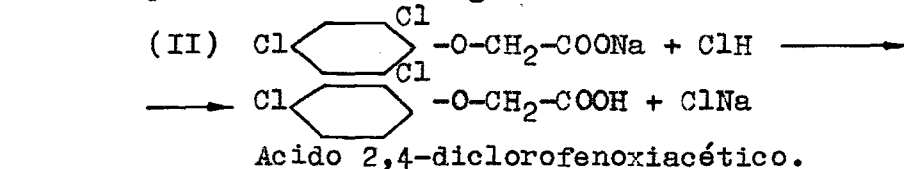




Este compuesto ha encontrado un amplio campo de aplicación en la preparación de composiciones herbicidas; por ello se ha deseado producirlo por métodos más eficaces y económicos que los conocidos hasta ahora. La preparación del éter diclorofenil metilencarboxílico o ácido 2,4-diclorofenoxiacético se ha venido llevando a cabo haciendo reaccionar en medio acuoso una sal de metal alcalino del 2,4-diclorofenol con una sal de metal alcalino del ácido monocloroacético, para dar la sal de metal alcalino del ácido 2,4-diclorofenoxiacético. La reacción implicada puede expresarse como sigue:



25. Al añadir un ácido a la sal que resulta, se obtiene el éter diclorofenil metilencarboxílico o ácido 2,4-diclorofenoxiacético, al que en esta Memoria, a partir de ahora y para abreviar, designaremos por 2,4-D. La reacción provocada es la siguiente:



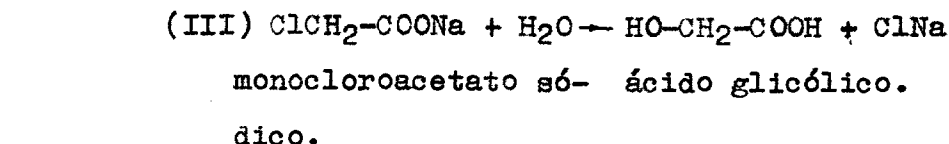
35. El rendimiento en 2,4-D que se puede obtener mediante los procedimientos anteriores al que es objeto de descripción en la presente Memoria, está limitado por el hecho de que una fracción importante de la sal de metal alcalino del ácido monocloroacético (por ejemplo, monoclo-

229736

23

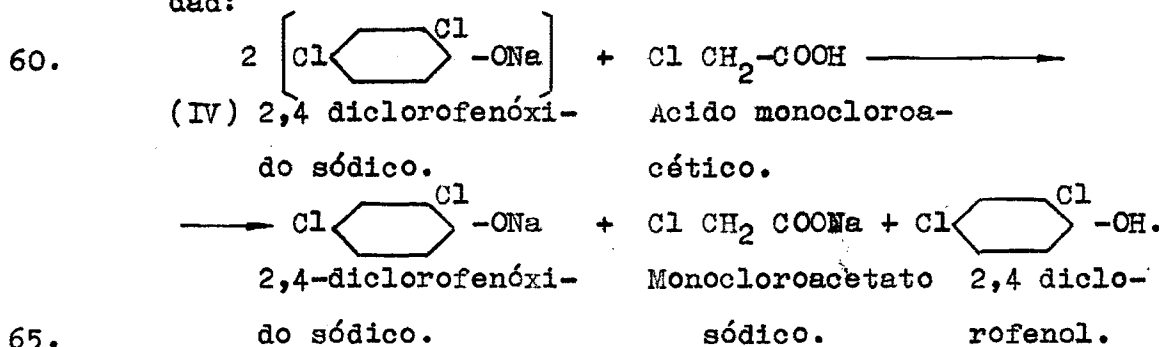


roacetato sódico) se hidroliza con formación de ácido glicólico, de acuerdo con la siguiente igualdad



Esta indeseable hidrólisis, con la consiguiente pérdida de rendimiento que acarrea, ocurre aunque se emplee la sal de metal alcalino del 2,4-diclorofenol (por ejemplo 2,4-diclorofenolato sódico) en cantidad que exceda a la estequiométrica.

El nuevo procedimiento que se describe, se realiza mezclando por lo menos 2 moles de la sal de un metal alcalino del 2,4-diclorofenol como tal, con 1 mol de ácido monocloroacético como tal. La reacción se concluye rápidamente y siempre con rendimiento cuantitativo. En este proceso se libera, a través de una reacción de intercambio, 1 mol de 2,4-diclorofenol libre y no neutralizado, al mismo tiempo que, simultáneamente, se produce 1 mol de cada una de las sales reaccionantes que se condensan, tal como se indica en la siguiente igualdad:

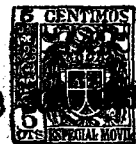


65. El proceso representado en la expresión anterior proporciona un medio de neutralizar el ácido monocloroacético de que se parte, para convertirlo en la sal reaccionante que convenga, que rebaja hasta un mínimo la hi-

8736



70. drólisis a ácido glicólico, ya que la sal del ácido monocloroacético recién formada está inmediatamente disponible para reaccionar de manera virtualmente instantánea con la sal del 2,4-diclorofenol; con lo que nuevamente se evita cualquier oportunidad de hidrólisis. El resultado
75. es una reacción rápida con un inusitado alto rendimiento en producto deseado.
- Este nuevo procedimiento proporciona, por tanto, un método práctico para obtener 2,4-D en condiciones que característicamente dan los más altos rendimientos que
80. por ahora pueden considerarse posibles, debido a que se suprime, en su casi totalidad, la hidrólisis de la sal de metal alcalino del ácido monocloroacético, resultando de ello una conversión en más alta proporción de este compuesto en el producto deseado.
85. La manera típica de realizar el proceso puede describirse así: A un reactor que contiene un disolvente orgánico inerte, adecuado para realizar en su medio la reacción, tal como el monoclorobenceno, se añaden por lo menos 2 moles de 2,4-diclorofenol. El disolvente orgánico puede emplearse en la proporción del doble del
90. peso del 2,4-diclorofenol. A esta mezcla se añade una solución acuosa caliente de hidróxido sódico, en cantidad suficiente para neutralizar a lo más 2 moles de 2,4-diclorofenol. Con frecuencia el disolvente orgánico se compone en parte del disolvente recuperado de una operación anterior. La cantidad de hidróxido sódico deberá ser suficiente para neutralizar todo el 2,4-diclorofenol presente y además cualquier cantidad de ácido 2,4-diclorofenoxiacético, u otros ácidos que pueda haber en el di
95. solvente reciclado; pero debe evitarse cuidadosamente
- 100.



228736

- que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.
105. que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.
110. que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.
115. que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.
120. que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.
125. que en la mezcla reaccionante aparezca cualquier exceso de álcali libre. El calor de neutralización eleva la temperatura de la mezcla reaccionante. Cuando la reacción de neutralización ha terminado, se añade al reactor 1 mol de ácido monocloroacético y, entonces, este ácido reacciona como más arriba se indicó en la igualdad IV, dando conjuntamente monocloracetato sódico y una cantidad molarmente equivalente de 2,4-diclorofenol libre. Conviene que el ácido monocloroacético se añada en forma de solución caliente en un disolvente orgánico que haga de líquido portador. Si el ácido monocloroacético se añade en forma pura debe hacerse con agitación adecuada y a una temperatura relativamente moderada, por ejemplo 30 ó 50° C., para que resulte mejor. Cuando el ácido monocloroacético se añade en forma de solución en un líquido orgánico, puede incorporarse a la mezcla reaccionante más deprisa y a mayor temperatura, si así se desea. Luego se hace refluir la mezcla reaccionante durante un período de cerca de una hora, lo cual parece más que suficiente para que la reacción de la igualdad I haya sido completa. De hecho esta reacción queda completada, con toda seguridad, al cabo de un cuarto de hora. Luego se enfría la mezcla reaccionante y se acidula, por ejemplo, con ácido sulfúrico acuoso diluido, y se enfría nuevamente para conseguir que precipite el 2,4-D formado de acuerdo con la igualdad II antes citada.

El conjunto resultante se filtra para separar el producto, y el filtrado se pasa a un decantador adecuado, donde la capa orgánica se separa de la capa acuosa. La capa orgánica puede reciclarse y la acuosa puede desecharse.

130. El conjunto resultante se filtra para separar el producto, y el filtrado se pasa a un decantador adecuado, donde la capa orgánica se separa de la capa acuosa. La capa orgánica puede reciclarse y la acuosa puede desecharse.



- En este procedimiento se emplean 2 moles, preferiblemente de 2 a 2,2 moles, de 2,4-diclorofenóxido sódico por cada mol de ácido monocloroacético. Aunque pueden
135. usarse mayores cantidades, por ejemplo, 3 moles de 2,4-diclorofenóxido, ello no proporciona ninguna ventaja, y por razones de economía no es aconsejable. Aunque se prefiere la sal sódica, teniendo en cuenta su baratura y disponibilidad, pueden emplearse otras sales alcalinas
140. como las de potasio y litio. Si se juzga conveniente, puede prepararse aparte la sal alcalina del 2,4-diclorofenol, en un reactor separado. Así un proceso adecuado consiste en mezclar simplemente el 2,4-diclorofenol con una solución acuosa de hidróxido sódico y beneficiar la solución
145. caliente que resulta, produciendo escamas de 2,4-diclorofenóxido sódico que serán utilizadas como materia prima en el proceso que se describe.

- El líquido orgánico portador que se emplea en la práctica del presente procedimiento debe tener las siguientes características: Ser inerte en las condiciones
150. de la reacción. Ser un buen disolvente del 2,4-diclorofenol. Poseer una solubilidad considerablemente más baja para el 2,4-D que para el 2,4-diclorofenol. Ser tan insoluble en agua que forme una fase líquida separada después de la acidulación de la mezcla reaccionante con la
155. solución acuosa del ácido sulfúrico, y de haber enfriado para reducir las pérdidas debidas a la solubilidad del disolvente en el agua.

- Ejemplos de disolventes aptos son: Hidrocarburos tales como parafinas, olefinas, cicloparafinas; hidrocarburos aromáticos monocíclicos tales como benceno, tolueno
160. y xilenos; hidrocarburos halogenados tales como parafinas



165. y olefinas halogenadas, así como tetracloruro de carbono, percloroetileno, dicloruro de etileno; cicloparafinas halogenadas tales como clorociclohexano; hidrocarburos aromáticos monocíclicos halogenados tales como monoclorobenceno y ortodiclorobenceno y demás similares. Entre todos es preferible el monoclorobenceno.

170. El disolvente orgánico que se use ha de ser líquido a las temperaturas que predominan durante el proceso. Su punto de ebullición será lo suficientemente alto para que la reacción transcurra adecuadamente deprisa cuando la mezcla reaccionante se hace refluir a la presión ordinaria. Generalmente pueden emplearse líquidos con punto de ebullición de 70 a 200° C., y en la proporción del 100 % al 200 % sobre el peso de los productos reaccionantes.

175. Se da por supuesto que estos productos, las sales de metal alcalino del 2,4-diclorofenol y del ácido monocloroacético, son esencialmente insolubles en el medio líquido orgánico. El medio de la reacción contiene una fase acuosa aportada por el agua que se añade con el hidróxido sódico acuoso, o por el agua de neutralización, o si se quiere por agua deliberadamente añadida como tal, aunque este recurso no es necesario. Es preferible que

180. el medio de la reacción contenga tan poca agua como sea posible, porque cantidades excesivas de agua perjudican el rendimiento. Además la fase acuosa no es absolutamente necesaria en el procedimiento que se describe, y, si así se quiere, el medio de la reacción puede ser totalmente anhidro. En tal caso el 2,4-diclorofenol libre, separado en la reacción de intercambio expresada en la igualdad IV, ejerce un efecto solubilizante sobre los reactivos de forma que penetran en él y reaccionan rá-

185.

190.



229736

pidamente.

195. La temperatura que conviene a la reacción es la del punto de ebullición de la mezcla, que típicamente está comprendido entre 70° y 140° C., dependiendo de la composición de la mezcla y de la presión. Es preferible emplear presión atmosférica así como conseguir la temperatura más alta posible a fin de provocar una reacción rápida. En los casos en que el disolvente hierve a temperatura baja es inevitable el empleo de presión para conseguir una temperatura suficientemente alta. Conviene agitar enérgicamente durante el proceso.
- 200.
205. Terminada la reacción entre las sales de metal alcalino de los reactivos, la mezcla que contiene la sal de metal alcalino del ácido 2,4-diclorofenoxiacético se enfría, si es necesario, hasta una temperatura netamente inferior a 100° C., digamos alrededor de 90° C., y
210. luego se añade un ácido diluido (clorhídrico o sulfúrico), para formar el 2,4-D. El producto se separa de manera adecuada mediante filtración o centrifugación. El líquido restante contendrá el 2,4 diclorofenol que corresponde al exceso de 2,4-diclorofenol libre que fué
215. adicionado a, o formado en, la mezcla reaccionante, así como el 2,4-diclorofenol formado, al acidular, a partir de la sal alcalina de 2,4-diclorofenol que no ha reaccionado. Este 2,4-diclorofenol no transformado queda disuelto en el líquido orgánico, y puede reciclarse para
220. economía del proceso.

El líquido que queda después de separar el 2,4-D presenta una fase acuosa, resultado de la acidulación con ácido diluido, capa que contiene sales inorgánicas y otros residuos, por lo que puede ser desechada.



225. Conviene acidular la mezcla a una temperatura lo suficientemente alta para que la mezcla esté completamente líquida antes de acidular. Esta temperatura adecuada se halla en el intervalo de los 70° a los 90° C. La mezcla acidulada se enfría a una temperatura inferior a los 60° C., y mejor aún inferior a los 40° C., digamos a la temperatura ambiente o menos, para conseguir la precipitación del 2,4-D. Es preferible enfriar por debajo de 40°C. para que el disolvente que ha de ser reciclado no deba calentarse posteriormente para evitar posibles precipitaciones. Cuanto más baja sea la temperatura a que se enfríe, más completa es la extracción del 2,4-D de la solución. Sin embargo, el enfriamiento no debe exceder aquellos límites en que aparece la solidificación de algunos de los productos presentes, especialmente el agua.
- 230.
- 235.
- 240.

Si se quiere, puede preverse la purificación del disolvente orgánico reciclado a fin de mantener las impurezas del sistema a un nivel razonablemente bajo. Esta purificación puede hacerse de cualquier manera adecuada, por ejemplo, destilando primero el disolvente y luego el 2,4-diclorofenol, ya al vacío o por arrastre con vapor. La fase orgánica puede reciclarse muchas veces sin que sea necesario purificarla.

245.

Los siguientes ejemplos ilustran este procedimiento con más detalle. En ellos, todas las partes son en peso.

250.

Ejemplo 1.- A 326 partes de 2,4-diclorofenol (2 moles) disuelto en 1000 partes de monoclorobenceno se añaden 85 partes de hidróxido sódico en escamas (aproximadamente 2,1 moles) y la mezcla se calienta a reflu-

255.



1952

228736

jo. Cuando concluye la reacción de neutralización entre el hidróxido sódico y el 2,4-diclorofenol, se añade a la mezcla en reflujo, durante un período de 15 minutos, una solución caliente de 95 partes de ácido monocloroacético y luego el reflujo se mantiene durante una hora.

260. Entonces se acidula la mezcla con ácido sulfúrico diluido y se enfría a 15° C., después de lo cual el 2,4-D que precipita se separa por filtración de las aguas madres. El producto deseado se obtiene con un rendimiento del 93 %

265. basado en el ácido monocloroacético puesto en juego.

Ejemplo 2.- Se repite exactamente el proceso del Ejemplo 1, excepto que el monoclorobenceno se reemplaza por xileno y que la solución de ácido monocloroacético se añade durante un período de 30 minutos. El rendimiento es de 93 %.

270.

De todo lo anterior se desprende que este procedimiento proporciona un método nuevo, muy conveniente y económico, para producir 2,4-D. A causa de las condiciones que predominan en el proceso, no hay oportunidad para que el monocloroacetato sódico se hidrolice con formación de ácido glicólico, con la consiguiente pérdida de rendimiento, ya que el monocloroacetato sódico que se requiere para la reacción de condensación se forma "in situ" a través de una reacción de intercambio entre

275. 2 moles de 2,4-diclorofenóxido sódico y 1 mol de ácido monocloroacético, verificándose la reacción de condensación inmediatamente y de forma instantánea. Así se elimina el riesgo de que el monocloroacetato sódico se hidrolice según la mencionada igualdad III. La reacción

280. de neutralización según la cual se forma el 2,4-dicloro fenóxido sódico ha de haber terminado completamente an-

285.



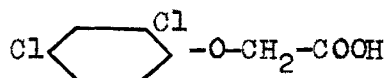
tes de empezar a añadir el ácido monocloroacético.

290. Todo cuanto no afecte, altere, cambie o modifique la esencialidad del procedimiento descrito, será variable a los efectos legales de la patente que se solicita.

N O T A.

Se reivindica como objeto de esta Patente de introducción:

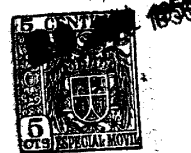
295. 1. - Un procedimiento perfeccionado para obtener un éter halofenil metilencarboxílico, denominado ácido 2,4-diclorofenoxiacético, cuya fórmula desarrollada es la siguiente:



300. en el que mediante condensación de una sal de metal alcalino del 2,4-diclorofenol con una sal de metal alcalino del ácido monocloroacético se obtiene la correspondiente sal de metal alcalino del ácido 2,4-diclorofenoxiacético, de la que, acidulando, se libera el ácido 2,4-diclorofenoxiacético; caracterizado esencialmente
305. porque en la aludida obtención concurren conjuntamente las siguientes condiciones:

310. a) La sal de metal alcalino del ácido monocloroacético requerida para la reacción de condensación, se prepara "in situ" en un medio orgánico inerte, insoluble en agua, pudiendo, o no, existir o estar presente en dicho medio una fase acuosa; para la cual preparación se hace reaccionar 1 mol de ácido monocloroacético libre, como tal, con por lo menos 2 moles de una sal de metal alcalino del 2,4-diclorofenol, dando lugar así
315. a una mezcla reaccionante en la cual se libera 1 mol de 2,4-diclorofenol libre, como tal, por cada mol de sal

228736



de metal alcalino del ácido 2,4-monocloroacético que se forma; consiguiendo de este modo que la sal de metal alcalino del ácido monocloroacético requerida para la reacción de condensación, se obtenga con rendimiento cuantitativo, o casi cuantitativo, porque no se forma como coproducto ácido glicólico en cantidad apreciable o suficiente para perjudicar el rendimiento.

320. b) La sal de metal alcalino del ácido monocloroacético recién formada, está inmediatamente disponible para reaccionar con la sal de metal alcalino del 2,4-diclorofenol, con la que reacciona de manera virtualmente instantánea, condensándose, para dar la sal de metal alcalino del ácido 2,4-diclorofenoxiacético. La reacción de condensación se realiza en el medio aludido en el apartado

330. a), sin que haya oportunidad para que se produzca una reacción secundaria de hidrólisis, que transforme una fracción de la sal de metal alcalino del ácido monocloroacético en ácido glicólico.

335. c) El medio orgánico inerte, insoluble en agua, citado en el apartado a) pertenece al grupo que consta de: hidrocarburos tales como parafinas, olefinas, y cicloparafinas; hidrocarburos aromáticos monocíclicos tales como benceno, tolueno y xilenos; hidrocarburos halogenados tales como parafinas y olefinas halogenadas, entre ellos

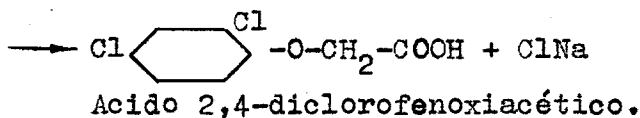
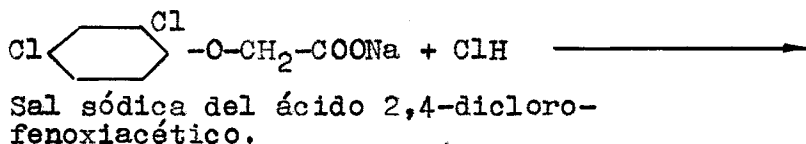
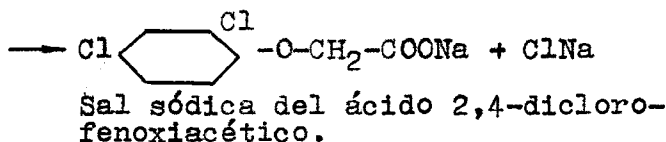
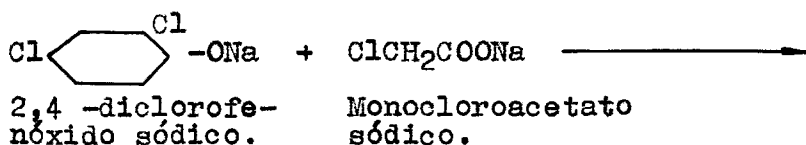
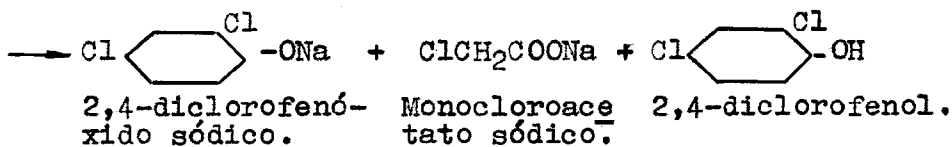
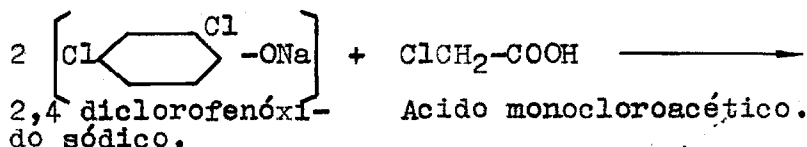
340. tetracloruro de carbono, percloroetileno, y dicloruro de etileno; cicloparafinas halogenadas tales como clorociclohexano; y de hidrocarburos aromáticos monocíclicos halogenados tales como monoclorobenceno, ortodichlorobenceno y similares.

345. d) El medio orgánico inerte, insoluble en agua, citado en el apartado a) tiene un punto de ebullición com-



prendido en el intervalo de temperaturas de 70 grados centígrados a 200 grados centígrados.

350. De la interacción de los compuestos reaccionantes, en las condiciones expuestas, resulta una reacción rápida en la que se dan conjunta y/o simultáneamente las diversas etapas descritas, y que puede representarse por las igualdades siguientes:



355, 2. - El propio procedimiento de obtención, según la reivindicación 1, caracterizado porque en realización preferida se hacen reaccionar 2 moles de hidróxido sódico con por lo menos 2 moles de 2,4-diclorofenol disuelto en monoclorobenceno. Terminada la reacción de neutralización se añade 1 mol de ácido monocloroacético libre, como tal,



360. disuelto en monoclorobenceno caliente, calentando la mezcla y manteniendo a reflujo, con agitación. Terminada la reacción que se produce se acidula la mezcla resultante, se enfría para que precipite el ácido 2,4-diclorofenoxia cético, se separa el precipitado, y el líquido residual
365. se decanta en una fase orgánica constituida por monoclorobenceno que contiene disuelto principalmente 2,4-diclorofenol, y en una fase acuosa. La fase orgánica se recicla completando en ella, mediante adición, el 2,4-diclorofenol necesario para realizar una nueva operación, empleando el hidróxido sódico en cantidad suficiente para
370. neutralizar por lo menos 2 moles de 2,4-diclorofenol, pero en cantidad no superior a la estrictamente necesaria para neutralizar el producto al cual se añade, preparando así una mezcla regida por la ley de equilibrio, en la
375. cual queda liberado un equivalente molar de 2,4-diclorofenol, como tal, por cada equivalente molar de monocloroacetato sódico presente.

- Sean cuales fueren las circunstancias que concurren en la esencialidad de la Patente de introducción definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:
380. 3. - "UN PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA OBTENER UN ETTER HALOFENIL METILENCARBOXILICO".

Consta la presente memoria de catorce hojas foliadas, mecanografiadas por una sola cara.

385. Barcelona, veintitrés de junio de mil novecientos cincuenta y seis.

P.A. de D. José-Javier Clúa Dominguez,

L. DURAN
P. P.