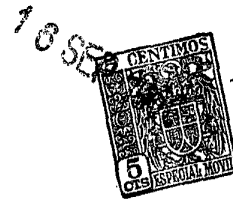


261066



PATENTE DE INVENCION

SC. 1910 - 7194 R.P.
A PARTIR DU M.C.P.A.

261066

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de preparación del ácido hidroximetil-2
cloro-4 fenoxiacético".

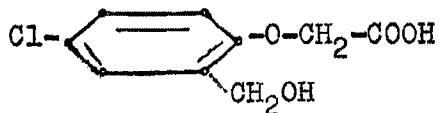
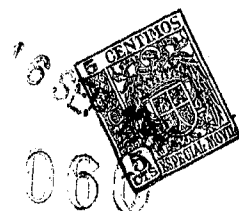
=====

Solicitante: SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE-POULENC, entidad
francesa, residentes en: 21, Rue Jean-Goujon, PARIS,
Francia.

=====

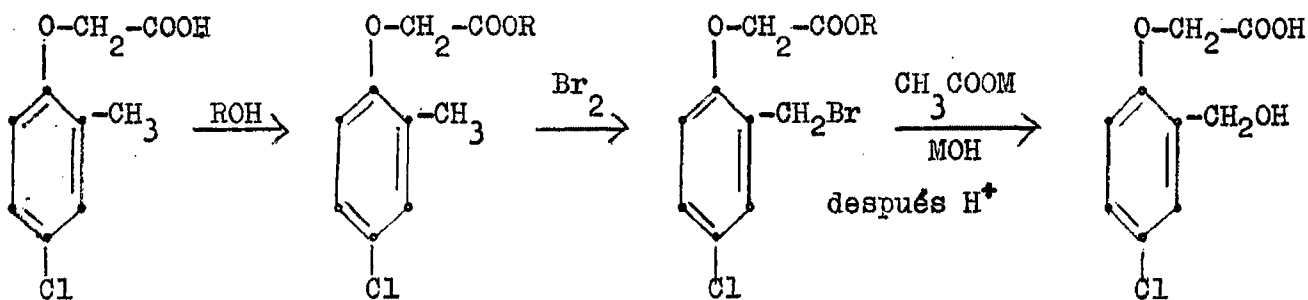
La presente invención en cuya realización
ha participado M. Jean METIVIER tiene por objeto un
procedimiento de preparación del ácido hidroximetil-2
cloro-4 fenoxiacético de la fórmula

281060



y de sus sales.

5. Según la presente invención el ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético puede obtenerse a partir del ácido metil-2 cloro-4 fenoxiacético que es un compuesto accesible en cantidades industriales. El procedimiento de preparación puede esquematizarse del modo siguiente:



15. En este esquema, R representa un radical alcohilo inferior que tiene de 1 a 4 átomos de carbono y M un átomo de metal alcalino.

20. El éster de alcohilo inferior del ácido metil-2 cloro-4 fenoxiacético se prepara según los métodos de esterificación conocidos, en particular en presencia de un disolvente orgánico tal como un hidrocarburo orgánico y de un catalizador de esterificación tal como ácido sulfúrico.

25. El éster así obtenido se trata después con bromo en un disolvente orgánico inerte tal como el tetracloruro de carbono, de preferencia a la temperatura de ebullición del disolvente y se obtiene así un éster de alcohilo inferior del ácido bromometil-2 cloro-4 fenoxiacético. Este derivado tratado con un hidróxido alcalino en presencia de un acetato del mismo metal al-

30.



calino, conduce por hidrólisis a una sal alcalina del ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético. Esta reacción se efectúa de preferencia en un disolvente polar tal como agua y a la temperatura de ebullición del disolvente.

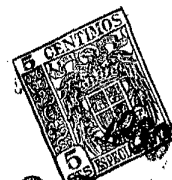
5. Por último, por reacción de un ácido sobre la sal alcalina precedente, se obtiene el ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético buscado.

10. El ejemplo siguiente, dado a título no limitativo, demuestra como puede ejecutarse la invención en la práctica.

EJEMPLO:

15. Se calienta a reflujo durante 2 horas 30 minutos, con agitación, una mezcla de 347 g de ácido metil-2 cloro-4 fenoxiacético, de 500 cm³ de benceno, de 250 cm³ de etanol y de 15 cm³ de ácido sulfúrico (d = 1,83). Se cargan después en el recipiente 200 cm³ de benceno y después se destila el disolvente por calentamiento. Después de enfriamiento se lava la mezcla reaccional sucesivamente con 200 cm³ de agua destilada, 200 cm³ de una solución acuosa a 10% de bicarbonato de sodio y 200 cm³ de agua destilada. Después de secado en sulfato de sodio y filtración, se retira el disolvente en vacío (30 a 40 mmHg) después se destila el residuo; se obtienen así 368 g de metil-2 cloro-4 fenoxiacetato de etilo que 25. hierve a 136-137° a 1,5 mm de mercurio.

30. Este compuesto se disuelve entonces en 1000 cm³ de tetracloruro de carbono; después poniéndole a reflujo durante 7 horas 30 minutos, se añaden, con agitación, 180 g de bromo. Después de enfriamiento, se lava la mezcla reaccional con 500 cm³ de una solución acuosa al



- 5% de bicarbonato de sodio, después 500 cm³ de agua destilada y se seca en sulfato de sodio. Después de filtración, se retira el tetracloruro de carbono en vacío (30 a 40 mmHg) después se destila el residuo y se obtienen entonces 107 g de bromometil-2 cloro-4 fenoxiacetato de etilo que hierve a 166-171° a 1,5 mm de mercurio.
5. Se añaden 79 g del compuesto precedente, con agitación, a una solución hirviendo de 40,8 g de acetato de sodio y 250 cm³ de agua destilada, después se deja
10. la mezcla reaccional en reflujo durante 6 horas. Después de enfriamiento se añaden 70 cm³ de lejía de sosa y se agita durante 2 horas; después de añadirla negro decolorante y filtración, se añaden al filtrado 70 cm³ de ácido clorhídrico ($d = 1,19$) se forma un aceite que cristaliza
15. rápidamente. Después de oreado, lavado con agua, secado y luego recristalización en cloruro de metileno, se obtiene 35 g de ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético que funde a 144°.
20. El ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético y sus sales poseen propiedades interesantes y son de gran utilidad en el dominio agrícola. Poseen en particular una potente acción hormonal que se manifiesta en el laboratorio por una aceleración del funcionamiento de la capa generatriz (creciente en espesor) que se
25. pone de manifiesto por el ensayo al anillo de lanolina con una pasta al 1% de producto activo, por la formación de órganos nuevos (raíces) evidenciada por el ensayo de formación de raíces sobre hojas de tomates o tallos de judías; por la producción de frutos partenocárpicos
30. (sin fecundación natural, por tanto frutos sin pepitas),



evidenciada por tratamiento de flores de tomates emasculados.

El ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético se utiliza más particularmente en forma de solución acuosa de una sal alcalina o de una sal de amina de este ácido. Además del producto activo, estas soluciones pueden encerrar diversos ingredientes destinados a facilitar la humectación durante las aplicaciones o destinadas a impedir cualquier efecto debido a la dureza de las aguas.

5.

10.

La composición siguiente que comprende:

- ácido hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético 20 g
- sosa N 92 cm³
- acetona 20 cm³
- glicerina 150 cm³
- agua complemento hasta 1000 cm³

15.

constituye un ejemplo de solución madre que puede utilizarse después para las aplicaciones en razón de 2 a 20 cm³ por litro de agua.

N O T A

20.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar, que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También

25.

se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 24 de junio de 1960, bajo el nº 831.056 acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la

30.

esencia del referido invento y por lo que se solicita

16 SEP



- 6 -

261066

patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDI-
MIENTO DE PREPARACION DEL ACIDO HIDROXIMETIL-2 CLORO-4
FENOXIACETICO"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento de preparación del ácido
hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético, caracterizándose
porque se esterifica el ácido metil-2 cloro-4 fenoxiacé-
tico, se transforma el éster obtenido en bromometil-2
cloro-4 fenoxiacetato de alcohol por reacción del bromo,
se hidroliza el derivado bromado por reacción de un
10. hidróxido alcalino y se aísla el producto obtenido.

15. 2.- Procedimiento de preparación del ácido
hidroximetil-2 cloro-4 fenoxiacético; tal y como queda
substancialmente descrito en la presente memoria que
consta de seis hojas escritas a máquina por una sola
cara.

16 SEP. 1960

Madrid,

SOCIETE DES USINES CHIMIQUES RHONE-POULENC.

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO
s. s.