

⑤ Int. Cl.⁴
C 07 C 119/042
118/00

識別記号 庁内整理番号
7451-4H

⑬ 公開 昭和63年(1988)1月18日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全2頁)

⑭ 発明の名称 不飽和脂肪酸イソシアナトエチルエステルの製造法

⑮ 特 願 昭61-152782

⑯ 出 願 昭61(1986)7月1日

⑰ 発 明 者 横 尾 秀 次 郎 東京都港区浜松町1丁目26番1号 昭和ローディア化学株式会社内

⑱ 出 願 人 昭和ローディア化学株式会社 東京都港区浜松町1丁目26番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 菊地 精一

明 細 書

1. 発明の名称

不飽和脂肪酸イソシアナトエチルエステルの製造法

2. 特許請求の範囲

2-オキサゾリジノンと不飽和低級脂肪酸を塩化水素存在下に反応させた後、生成物をホスゲンと反応させることを特徴とする不飽和低級脂肪酸2-イソシアナトエチルエステルの製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は不飽和低級脂肪酸2-イソシアナトエチルエステルの製造方法に関する。

(従来技術とその問題点)

不飽和低級脂肪酸2-イソシアナトエチルエステルは2官能性モノマー等として有用な化合物であり、従来より種々の製造法が提案されている。

代表的な方法は2-アルケニル-2-オキサゾリンとホスゲンとの反応による方法であるが、この反応の原料である2-アルケニル-2-オキサ

ゾリンの製造法には種々問題がある。

従来、カルボン酸ハライドとエタノールアミンとの反応により容易に得られるN-(β-ヒドロキシアルキル)カルボキサミドを閉環させて2-アルキル-2-オキサゾリンを得る方法は公知であるが、この方法を2-アルケニル-2-オキサゾリンの製造に応用し、原料として不飽和カルボン酸を用いてN-(β-ヒドロキシアルケニル)カルボキサミドとし、これを公知の方法により閉環させた場合、アルケニル基の2重結合への付加反応を生じ目的物を高収率で得ることは困難である。

そこで従来は一旦2-アルキル-2-オキサゾリンとし、これを更に無水条件下にホルムアルデヒドと反応させて2-(α-ヒドロキシメチルアルキル)-2-オキサゾリンとし、次いでこれをアルカリまたはアルカリ土類金属酸化物と反応せしめて脱水して目的とする2-アルケニル-2-オキサゾリンを得る方法が開発された(日特開54-5921、特公昭59-24977)。しかし、この方法は

各段階の選択性は良好であるものの転化率が低い
ため各反応当りの収量が小さい。また、無水状態
の実現や多段工程に伴う反応操作の煩雑さ等工業
プロセスとして必ずしも実用上充分満足すべきも
のとは言い難い。

(問題点を解決するための手段)

本発明者は不飽和低级脂肪酸 2-イソシアナト
エチルエステルを経済的に製造すべく種々検討
の結果、2-オキサゾリジノンと不飽和低级脂
肪酸を塩化水素存在下に反応させた後、生成物を
ホスゲンと反応させる方法を開発し、所期の目的
を達成することに成功した。

即ち、本発明は2-オキサゾリジノンと不飽和
低级脂肪酸を塩化水素存在下に反応させた後、生
成物をホスゲンと反応させることを特徴とする不
飽和低级脂肪酸 2-イソシアナトエチルエステルの
製造法を提供せんとするものである。

以下に本発明の方法について更に詳細に説明す
る。

原料の2-オキサゾリジノンは、公知の方法、

温 \sim 120℃、好ましくは60 \sim 110℃で行わ
れる。また、原料(2-オキサゾリジノン、不飽
和低级脂肪酸、ホスゲン)のモル比については必
ずしも制限はないが、一成分のみを余り過剰に用
いることは分離の手間も含め不経済であるため通
常は当モル乃至若干過剰量にて行うのが好ましい。

本発明の方法によれば、不飽和低级脂肪酸、例
えば、アクリル酸、メタアクリル酸、等より極め
て簡単な操作により対応するその2-イソシアナ
トエチルエステルを経済的に製造することが
できる。

以下、本発明の方法について代表的な実施例を
示し、更に具体的に説明するが、これらは例示の
為代表的な例を示したもので本発明の方法はこれ
らのみに限られないことは言うまでもない。

実施例 1

2-オキサゾリジノン 30 g (0.345 mol)を
200 ccのトルエンにとかし、0.5 gのフェノチ
アジンを加え、かくはん下60℃に加熱し、塩酸
ガスを150 ml/minの速度で泡出させる。こ

例えば、「有機化合物合成法」(技報堂1962
年)83頁に記載の方法等により合成することが
出来る。

2-オキサゾリジノンと不飽和低级脂肪酸との
反応は液相条件下に行われるが、溶媒は、通常の
非水溶媒を用いることが出来る。代表的なもの
としては、例えば、トルエン、ベンゼン、クロルベ
ンゼン等の芳香族溶媒、塩化メチレン、エチレン
ジクロライド等の塩素化脂肪族溶媒、酢酸エチル、
ジオキサン等の含酸素溶媒が適している。塩化水
素はガス状で反応液に加えられるが、その使用
量としては、2-オキサゾリジノンと等量以上あ
れば十分であり、1.5乃至2倍モルを用いるのが
好ましい。

ホスゲン化の反応は前の反応の生成物を分離、
精製することなく、前の反応の反応液にそのまま
ホスゲンを導入して行われる。しかし、必要に応
じて前の反応と別個に行うこともできる。尚、反
応温度は前段の反応は30 \sim 120℃、好ましく
は40 \sim 80℃で行われ、ホスゲン化の反応は室

こヘメタアクリル酸 32 g (0.37 mol)を60分
かかって滴下した。更に塩酸ガスを流しつつ60
℃で30分間反応させた。この間、反応液は懸濁
液に変わった。次いで、80℃に昇温し、ホスゲ
ンを泡出させ、均一溶液になる迄反応させた。ト
ルエンを留去し、残渣を減圧蒸留した。70 \sim 72
℃/5 mmHgの留分として24 gの2-イソシアナ
トエチルメタアクリル酸エステルを得た。

実施例 2

2-オキサジアゾリノン 30 g (0.345 mol)
を200 ccの酢酸エチルにとかし、0.5 gのフェ
ノチアジンを加え、かくはん下60℃で塩酸ガ
スを約150 ml/minの速度で泡出させつつア
クリル酸 27 g (0.37 mol)を1時間に渡り滴下
した。更に塩酸ガスを流しつつ60℃で30分間
反応させた。次いで、75℃に昇温し、ホスゲ
ンを3時間に渡って泡出させ、均一溶液を得た。
酢酸エチルを留去し、残渣を減圧蒸留すると、80
 \sim 84℃/10 mmHgの留分として2-イソシアナ
トエチルアクリル酸エステル 7 gを得た。