



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216 310

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 11 80
(21) (PV 7934-80)

(40) Zveřejněno 30 06 81
(45) Vydáno 15 08 84

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 59/70
C 07 C 39/07
C 07 C 39/28
C 07 C 37/72
// A 01 N 39/04

(75)

Autor vynálezu ŠPLHÁČEK ROMAN ing., PEZINOK
VÍSKUP JÁN ing.,
MOSNÝ IVAN ing., BRATISLAVA

HÓZ IVAN, BRATISLAVA

PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing. CSc.,
HEYBERGER ALEŠ ing., PRAHA

(54) Způsob odstraňování krezolů z vodných roztoků při výrobě
kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxycetové

Vynález se týká způsobu odstraňování krezolů z vodných roztoků při výrobě kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxycetové, která je běžně používaným herbicidem, chlorací kyseliny 2-metylfenoxycetové úpravou pH roztoku na hodnotu 6,3 až 6,7 a protiproudou extrakcí organickým rozpouštědlem, při němž se vodný roztok vzniklý po chloraci kyseliny 2-metylfenoxycetové a obsahující o-krezol a chlorkrezoly podrobí protiproudé extrakci organickým rozpouštědlem typu toluenu, xylenu nebo chlorbenzenu a vzniklým roztokem v organickém rozpouštědle se protiproudě extrahuje reakční směs po kondenzaci o-krezolu a kyseliny monochloroctové v alkalickém prostředí. Obě extrakce se provádějí za pomoci vibrací, při teplotě 20 až 70 °C, s výhodou 60 až 70 °C a při poměru objemových průtoků vodného roztoku a roztoku v organickém rozpouštědle 1:0,8 až 1:2, s výhodou 1:1 až 1:1,5.

Předmětem vynálezu je způsob odstraňování krezolů z vodných roztoků při výrobě kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxycetové (MCPA), která je běžně používaným herbicidem, chlorací kyseliny 2-metylfenoxycetové (MPA).

Jeden ze způsobů výroby MCPA spočívá v tom, že se vodný roztok nebo suspenze sodné soli MPA vzniklé alkalickou kondenzací o-krezolů a kyseliny monochloracetové chloruje, popřípadě za přítomnosti organického rozpouštědla, plynným chlorem nebo chlornanem sodným. Vodná vrstva, která se oddělí z reakční směsi obsahuje kromě MCPA a MPA též ortokrezol a chlorkrezoly. Tyto látky je třeba odstranit předtím, než se odpadní voda zavede na biologické čištění nebo do recipientu.

Podle čs. autorského osvědčení č. 210938 je známo, že 2-metyl-4-chlorfenol lze odstranit z vodného roztoku obsahujícího jeho sodnou sůl a sodnou sůl MCPA upravením pH roztoku na 6,3 až 6,7 a protiproudou extrakcí 2-metyl-4-chlorfenolu toluenem za pomoci vibrací.

Vznik chlorkrezolů a jejich výskyt v odpadní vodě z popsaného způsobu výroby MCPA lze potlačit navrhaným způsobem odkrezolování vodných roztoků při výrobě kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxycetové chlorací kyseliny 2-metylfenoxycetové. Podstata vynálezu spočívá v tom, že se dvojitou extrakcí organickým rozpouštědlem (toluenem, xylem nebo chlorbenzenem) současně sníží obsah nezreagovaného o-krezolu v reakční směsi po alkalické kondenzaci o-krezolu s kyselinou monochloracetovou a obsah chlorkrezolů v odpadní vodě po chloraci MPA. Přitom se využije extraktu z extrakce odpadní vody po chloraci k extrakci nezreagovaného o-krezolu z reakční směsi obsahující sodnou sůl MPA. Obě extrakce probíhají protiproudě za použití vibrací.

Vodný roztok, který se oddělí z reakční směsi po chloraci MPA, se protiproudě extrahuje za pomoci vibrací organickým rozpouštědlem při poměru objemových průtoků vodného roztoku a organického rozpouštědla 1:0,8 až 1:2, s výhodou 60 až 70 °C. Získaným roztokem v organickém rozpouštědle obsahujícím o-krezo, MPA, MCPA a chlorkrezoly se protiproudě extrahuje za pomoci vibrací reakční směs po alkalické kondenzaci o-krezolu a kyseliny monochloracetové, jejíž pH bylo upraveno na 6,3 až 6,7 a která obsahuje vedle roztoku nebo suspenze sodné soli MPA nezreagovaný o-krezol. Touto extrakcí se o-krezol převede do roztoku v organickém rozpouštědle.

Způsob podle vynálezu má tyto přednosti proti dosavadnímu způsobu. Snížením obsahu o-krezolu v směsi postupující na chloraci se snižuje množství chlorkrezolů v reakční směsi po chloraci. Extrakcí vodné fáze vzniklé po neutralizaci této směsi čerstvým organickým rozpouštědlem se obsah chlorkrezolů sníží pod hranici přípustnou hygienickou normou. Využití extraktu z extrakce odpadní vody pro extrakci o-krezolu z reakční směsi po alkalické kondenzaci představuje úsporu energie na regeneraci toluenu a nevede k zhoršení účinnosti této extrakce. Využití protiproudé extrakce za vibrací zajišťuje mimořádně účinnou extrakci a umožňuje dosáhnout vysoké čistoty rafinátu v obou případech. Z roztoku o-krezolu a chlorkrezolů v organickém rozpouštědle lze tyto látky získat ve formě krezolátů sodných extrakcí louhem sodným a přidat je k látkám vstupujícím do alkalické kondenzace. Tím se sníží ztráty o-krezolu.

Příklad provedení

200 l odpadní vody 60 °C teplé obsahující 30 mg/l chlorkrezolů a 3 až 5 g/l MCPA + MPA se extrahovalo toluenem, obsahujícím méně než 10 mg/l chlorkrezolů, v poměru objemových průtoků vodné a organické fáze 1:1,2. Získaný vodný rafinát obsahoval méně než 5 mg/l chlorkrezolů a méně než 50 mg/l MCPA + MPA. Toluenovým extraktem bylo extrahováno 200 l směsi po alkalické kondenzaci o-krezolu a kyseliny monochloroctové. Rafinát obsahoval 0,06 % hmot. o-krezolu. Obě extrakce byly provedeny na koloně s vibrujícími patry o výšce účinné části 4 m.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob odstraňování krezolů z vodných roztoků při výrobě kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxycetové chlorací kyseliny 2-metylfenoxycetové úpravou pH roztoku na hodnotu 6,3 až 6,7 a protiproudou extrakcí organickým rozpouštědlem, vyznačující se tím, že se vodný roztok vzniklý po chloraci kyseliny 2-metylfenoxycetové a obsahující o-krezol a chlorkrezoly podrobí protiproudé extrakci organickým rozpouštědlem typu toluenu, xyleny nebo chlorbenzenu a vzniklým roztokem v organickém rozpouštědle se protiproudě extrahuje reakční směs po kondenzaci o-krezolu a kyseliny monochloroctové v alkalickém prostředí, přičemž se obě extrakce provádějí za pomoci vibrací, při teplotě 20 až 70 °C, s výhodou 60 až 70 °C, a při poměru objemových průtoků vodného roztoku a roztoku v organickém rozpouštědle 1:0,8 až 1:2, s výhodou 1:1 až 1:1,5.