



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48794

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 18. III. 1963 (P 101 040)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 18. XII. 1964

Kl. 12 q, 14/04

MKP ~~C 10 g~~

67c 59/26

UKD

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Tadeusz Ostrowski, Witold Tomasiak

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego w wyniku reakcji soli kwasu chlorooctowego z chloro-o-krezolanem.

Znane sposoby wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego na drodze kondensacji kwasu chlorooctowego z chloro-o-krezolem lub ich soli, zachodzą w środowisku alkalicznym. Uzyskuje się produkt z niezadawalającą wydajnością głównie ze względu na uboczne reakcje, a przede wszystkim reakcję hydrolizy kwasu chlorooctowego. W celu zahamowania hydrolizy kwasu chlorooctowego proponowano stosować wstępne zobojętnianie kwasu chlorooctowego, a otrzymaną sól dozować do mieszaniny reagującej. Proponowano również ściśle regulowanie pH środowiska kondensacji za pomocą dozowania wodorotlenku sodowego lub wytwarzania mieszaniny buforowej.

Proponowane sposoby nie gwarantują jednak uzyskania dostatecznie wysokiej wydajności, która liczona na kwas chlorooctowy wynosi 70—80%.

W dalszym bowiem ciągu stosuje się w procesie kondensacji zbyt duże rozcieńczenia oraz znaczny nadmiar molowy chlorooctanu sodowego, co sprzyja hydrolizie kwasu chlorooctowego. Ponadto otrzymany produkt posiada uciążliwe do oddzielania zanieczyszczenia w postaci nieprzereagowanego chlorokrezolu, produktów hydrolizy kwasu chlorooctowego oraz soli żelaza powstających na skutek korozji metalowych części aparatury i two-

2

rzących nierozpuszczalne osady, nadające produktowi brunatne zabarwienie; produkt jest trudny do przerobu na związki stosowane w rolnictwie do walki z chwastami.

- 5 Sposób według wynalazku polega na tym, że do reakcji kondensacji stosuje się wodny roztwór chlorooctanu sodowego w ilości o stężeniu dobranym w ten sposób, aby w masie reakcyjnej stosunek chlorooctanu sodowego do wody wynosił
- 10 1:1,2—1:1,8, a po zakończeniu kondensacji mieszaninę silnie zakwasza się i wymywa wodą w podwyższonej temperaturze, po czym rozdziela się warstwę wodną zawierającą zanieczyszczenia od warstwy olejowej stanowiącej produkt reakcji.
- 15 Gotowy produkt uzyskany sposobem według wynalazku otrzymuje się z wydajnością około 85%, przy czym jest on mniej zanieczyszczony produktami hydrolizy i pozwala na przyrządzanie klarownych, wysoko stężonych roztworów wodnych soli
- 20 sodowej kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego, zawierających stosunkowo nieznaczne ilości chlorokrezoli i praktycznie pozbawionych soli żelaza. Roztwory te nadają się do stosowania w rolnictwie do walki z chwastami.

- 25 P r z y k ł a d. Do stalowego aparatu z płaszczem grzeijnym i mieszadłem załadunku się 71,3 kg chlorokrezolu i 68,4 kg 30%-ego wodorotlenku sodowego. Po uruchomieniu mieszadła dozuje się w temperaturze 95—98°C 137,5 kg 42%-ego roztworu
- 30 wodnego chlorooctanu sodowego w czasie 30—60

minut. Po wprowadzeniu całej ilości chlorooctanu sodowego mieszaninę reagującą ogrzewa się jeszcze przez 2 godziny w tej samej temperaturze, utrzymując pH w granicach 8—10.

Surowy produkt wydzielony z mieszaniny reagującej przez wykwaszenie i oddzielenie od warstwy wodnej ogrzewa się podczas mieszania z 5%-owym kwasem solnym. Mieszaninę rozdziela się na gorąco usuwając warstwę wodną zawierającą zanieczyszczenia. Otrzymuje się 105,0 kg produktu o zawartości 80% technicznego kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego, co stanowi 85% wydajności.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego przez kondensację chlorooctanu sodowego z ortochlorokrezolanem sodowym w środowisku alkalicznym, znamieny tym, że do kondensacji stosuje się roztwór chlorooctanu sodowego w takiej ilości, ażeby w masie reakcyjnej stosunek chlorooctanu sodowego do wody wynosił 1:1,2—1:1,8, a po zakończeniu kondensacji surowy produkt wydziela się przez silne wykwaszenie i w celu oczyszczenia wymywa roztworem kwasu solnego w podwyższonej temperaturze.