



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

225558
(11) (B1)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 05 11 81
(21) PV 8144-81

(51) Int. Cl.³
C 07 C 57/52

(40) Zverejnené 27 05 83

(45) Vydané 30 09 85

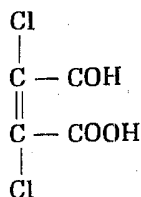
[75]

Autor vynálezu

ĎURIŠ JURAJ ing., PEZINOK
POŔR RŔBERT ing. CSc., BRATISLAVA

[54] SpŔsob výroby kyseliny mukochlórovej, čistoty chemického štandardu

Vynálezom je spŔsob výroby kyseliny mukochlórovej vzorca



čistoty chemického štandardu kryštalizáciou z vodného roztoku za použitia aktívneho uhlia s možnosťou recyklácie filtrátu.

Technická kyselina mukochlórová sa získava rôznym výrobným postupom napr. chloráciou furalu v prostredí matečného roztoku, alebo v prostredí kyseliny chlŔrovodíkovej zvyčajne chloráciou pri teplotách 60 až 80 °C.

Kyselina mukochlórová je dŔležitým východzím produktom pri výrobe rôznych organických výrobkov, napríklad pri výrobe selektívnych herbicídov do cukrovej repy.

Technická kyselina mukochlórová, vyrobená chloráciou furalu v prostredí vratného a upraveného matečného roztoku, alebo v prostredí kyseliny chlŔrovodíkovej je spravidla 96 a 98 % čistoty. Nečistotami sú sprie-

vodné látky vznikajúce v procese chlorácie furalu.

Doposiaľ zaužívané postupy výrob neuvažujú s dodatočným čistením.

Autori S. Beattie, I. M. Heilbren a F. Irving (Soc. Chem. 1932) čistia kyselinu mukochlórovú premytím vodnoalkoholickým roztokom, čím sa zbavuje reakčného filtrátu.

Podstata vynálezu spočíva v tom, že technickú kyselinu mukochlórovú získanú spôsobom uvedeným v úvode možno čistiť procesom kryštalizácie z vodného roztoku za použitia aktívneho uhlia, pričom sa získa kyselina mukochlórová vysokej čistoty.

Podľa predmetu vynálezu sa vyrába kyselina mukochlórová, čistoty chemického štandardu tak, že sa technická kyselina mukochlórová rozpustí za miešania v horúcej vode o teplote 50 až 80 °C. Množstvo technickej kyseliny mukochlórovej je 5 až 60 g na 100 g vody, s výhodou sa pracuje s koncentráciou 15 až 20 g na 100 g vody. Horúci roztok sa nechá ochladiť na teplotu 5 až 20 °C a izoluje sa vykryštalizovaná kyselina mukochlórová z matečného roztoku. Takto získaná kyselina mukochlórová sa opätovne rozpustí vo vode na roztok obsahujúci 5 až 60 g kyseliny na 100 g vody, s výhodou 15

až 20 g na 100 g vody pri teplote maximálne 80 °C, pričom sa do roztoku pridá za miešania účelne 0,5 až 1,0 g aktívneho uhlia. Aktívne uhlie možno pridať v množstve maximálne 5 % hmot., vzťahovane oddeli od roztoku kyseliny mukochlórovej, roztok sa ochladí na teplotu + 5 až 20 °C a vykryštalizovaná kyselina mukochlórová sa oddeli od matečného roztoku filtráciou, ďalej sa premyje malým množstvom vody a vysuší sa.

Proces kryštalizácie možno niekoľkokrát opakovať. Môže byť uskutočnený aj bez pridávania aktívneho uhlia v závislosti od čistoty technickej kyseliny mukochlórovej použitej na čistenie.

Postup je vyznačený tým, že sa aspoň jedenkrát opakuje rozpustenie, chladenie a izolácia, po prípade za prídavku aktívneho uhlia.

Po opakovanej kryštalizácii sa získava kyselina mukochlórová vysokej čistoty, zodpovedajúcej čistote chemického štandardu.

Na prvý stupeň rozpúšťania technickej kyseliny mukochlórovej možno použiť filtrát získaný z kryštalizácie produktu.

Predmet vynálezu možno použiť pri príprave kyseliny mukochlórovej čistoty chemického štandardu.

Predmety vynálezu dokumentujú príklady, ktoré však nevyčerpávajú rozsah uplatnenia.

Príklad 1

150 g technickej kyseliny mukochlórovej sa rozpustilo za miešania v 1000 ml vody, pričom teplota roztoku nepresiahla 80 °C. Po ochladení roztoku sa vykryštalizovaná kyselina mukochlórová odfiltrovala na Büchnerovom lieviku a podrobila sa druhej kryštalizácii v 1000 ml vody pri maximálnej teplote 80 °C, pričom sa pridalo za miešania 5 g aktívneho uhlia. Horúci roztok sa po 15 minútach miešania prefiltraval, ochladil na 20 °C a vypadnuté kryštály mukochlórovej kyseliny sa premyli so 100 ml studenej vody. Po vysušení sa získalo 108 g kyseliny mukochlórovej s teplotou topenia 126,8 °C.

Príklad 2

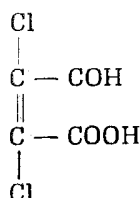
Postupovalo sa ako v príklade 1, s tým rozdielom, že sa previedli 3 kryštalizácie bez použitia aktívneho uhlia. Získalo sa 91 g mukochlórovej kyseliny s teplotou topenia 126,7 °C.

Príklad 3

Postupovalo sa ako v príklade 1, pričom sa na rozpustenie technickej kyseliny mukochlórovej použilo 1000 ml filtrátu, získaného po poslednej filtrácii kyseliny mukochlórovej v príklade 1. Získaný produkt — kyselina mukochlórová — mala teplotu topenia 126,8 °C.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby kyseliny mukochlórovej, čistoty chemického štandardu, vzorca



vyznačenej tým, že technická kyselina mukochlórová sa rozpustí za miešania v horúcej vode o teplote 50 až 80 °C na roztok o koncentrácii 5 až 60 % hmot. kyseliny mukochlórovej, horúci roztok sa nechá ochladiť na teplotu 5 až 20 °C, izoluje sa vykryštalizovaná kyselina muko-

chlórová a táto sa opäť rozpustí v horúcej vode o teplote 50 až 80 °C, pridá sa aktívne uhlie v množstve do 5 % hmot., vzťahované na hmotnosť kyseliny mukochlórovej, roztok sa prefiltruje, kyselina mukochlórová čistoty chemického štandardu sa izoluje.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa aspoň jedenkrát opakuje rozpustenie, ochladenie a izolácia, po prípade za prídavku aktívneho uhlia.
3. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že sa ako rozpúšťadlo technickej kyseliny mukochlórovej použije filtrát, získaný po izolácii kyseliny mukochlórovej čistoty chemického štandardu.