



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 216 484

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 27 11 80
(21) PV 8211-80

(11) (B1)

(51) Int. Cl. C 07 C 59/70
//A 01 N 37/38

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 01 07 84

(75)
Autor vynálezu SCHREIBER JIŘÍ dr.ing.CSc., PARDUBICE
PSCHEIDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ
JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy metylesteru kyseliny 2-naftyloxyoctové

Vynález řeší způsob přípravy metylesteru kyseliny 2-naftyloxyoctové, používaného jako aktivní komponenta pro herbicid na heřmánkovité plevely. Metylester kyseliny 2-naftyloxyoctové se připravuje esterifikací v nadbytku metanolu za katalytického působení kyseliny sírové, kdy po esterifikaci se reakční směs naředí vodou za intenzivního míchání a získá se produkt ve formě granulí.

Vynález se týká způsobu přípravy metylesteru kyseliny 2-naftyloxyoctové esterifikací v nadbytku metanolu za katalytického působení kyseliny sírové.

Metylester kyseliny 2-naftyloxyoctové se používá jako aktivní komponenta pro herbicid na heřmánkovité plevěle.

Je známá příprava alkylesterů aryloxyoctových kyselin reakcí mezi chloridem aryloxyoctové kyseliny a příslušným alkoholem. Tento způsob přípravy je však poměrně složitý vzhledem k tomu, že je nutno připravit nejprve příslušný chlorid kyseliny. Další známý způsob přípravy spočívá v zahřívání 10 g kyseliny 2-naftyloxyoctové s 1,2 ekvivalenty metanolu a 2 až 3 ml (3,6 až 5,5 g) kyseliny sírové tj. v hmotnostním poměru ke kyselině 2-naftyloxyoctové 0,36 až 0,55 : 1. Nevýhodou tohoto způsobu přípravy je použití poměrně velkého přebytku kyseliny sírové, které se obtížně likviduje a znečišťuje odpadní vody. Další nevýhodou tohoto postupu je obtížná izolace metylesteru po esterifikaci, kdy po naředění reakční směsi vodou má produkt tendenci vypadávat naráz v kompaktní formě, která je dále technologicky obtížně zpracovatelná.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob přípravy metylesteru kyseliny 2-naftyloxyoctové esterifikací metanolem za katalytického působení kyseliny sírové podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že metanol a kyselina 2-naftyloxyoctová jsou do reakční směsi dákovány v molárním poměru 5 až 30 : 1 a množství kyseliny sírové přidané jako katalyzátor představuje 0,3 až 10 % hmotnosti kyseliny 2-naftyloxyoctové vstupující do reakce. Po esterifikaci se reakční směs naředí vodou na 10 až 50% vodný roztok metanolu za intenzivního míchání charakterizovaného obvodovou rychlostí 1 až 5 m/s u laboratorních zařízení a 5 až 20 m/s u provozních zařízení, obsah reaktoru se ochladí na teplotu 5 až 30 °C při rychlosti míchání snížené na 1/4 až 1/10 původní hodnoty a produkt vyloučený ve formě granulí se odfiltruje a suší při teplotě 20 až 75 °C, popřípadě se odfiltrovaný koláč rozplaví v 1 až 5 násobném objemu vody, popřípadě s obsahem metanolu do 50 %, vyhřeje na teplotu 60 až 80 °C a za míchání se znovu ochladí na teplotu 5 až 30 °C a izoluje.

Způsobem podle vynálezu připravený metylester kyseliny naftyloxyoctové má obsah 94,5 % a výtěžek činí $92,3 \pm 1,3$ % teorie. Produkt obsahuje část nezreagované kyseliny 2-naftyloxyoctové, 2-naftol a malé množství neznámé látky. Výhodou postupu podle vynálezu je odstranění potíží s likvidací kyseliny sírové, neboť množství k reakci použité kyseliny sírové je podstatně nižší. Další výhodou je to, že se produkt vyloučí ve formě granulí, které se snadno filtrují, promývají, suší. Izolovaný produkt je možno přefiltrit, čímž se obsah 2-naftolu sníží na 1/2 původního množství.

Pro objasnění podstaty vynálezu je dále uveden příklad provedení:

Do baňky o obsahu 2 500 ml, opatřené teploměrem, zpětným chladičem a pilovým míchadlem se nasadí 750 g metanolu, 5 g koncentrované kyseliny sírové a 226 g

100% kyseliny 2-naftyloxyoctové. Obsah baňky se vyhřeje na teplotu 67 až 70 °C, kdy je patrný živý zpětný tok metanolu a na této teplotě se udržuje po dobu 6 až 10 hodin. Pak se směs naředí postupným připuštěním 1 100 g studené vody za intenzivního míchání pilovým míchadlem při 1 500 až 2 000 obr./min a zvolna se ochlazuje. Za těchto podmínek vypadává hlavní podíl produktu při teplotě 60 až 30 °C ve formě granulí. Po snížení obrátek míchadla na 500/min se směs ochladí na 10 ± 5 °C a vyloučený produkt zfiltruje. Po promytí vodou se suší při teplotě maximálně 60 °C. Bez dalších čistících operací se docílí průměrného výtěžku $92,3 \pm 1,3$ % theorie, vztaženo na nasazenou 100% kyselinu 2-naftyloxyoctovou. Složení produktu je cca 94,5 % metylesteru, 1,94 % kyseliny 2-naftyloxyoctové, 1,62 % 2-naftolu a 1 až 2 % neznámé látky.

Produkt je možno přečistit tak, že se surový filtrační koláč rozplaví ve 300 g vody, vyhřeje na teplotu cca 80 °C, kdy je metylester již zcela roztaven a za intenzivního míchání se znovu ochladí a izoluje ve formě granulí. Po přečištění se získá metylester kyseliny 2-naftyloxyoctové ve výtěžku $87,1 \pm 2$ % o průměrném složení $95,0 \pm 0,4$ % methylesteru, $2,16 \pm 0,4$ % kyseliny 2-naftyloxyoctové, $0,85 \pm 0,5$ % 2-naftolu a 1 až 2 % neznámé látky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy metylesteru kyseliny 2-naftyloxyoctové její esterifikací metanolem za katalytického působení kyseliny sírové a naředěním reakční směsi po esterifikaci vodou, vyznačující se tím, že metanol a kyselina 2-naftyloxyoctová jsou do reakční směsi dávkovány v molárním poměru 5 až 30 : 1 a množství kyseliny sírové přidané jako katalyzátor představuje 0,3 až 10 % hmotnosti nasazované kyseliny 2-naftyloxyoctové, načež se po esterifikaci reakční směs naředí vodou na 10 až 50% vodný roztok metanolu za intenzivního míchání charakterizovaného obvodovou rychlostí 1 až 5 m/s u laboratorních zařízení a 5 až 20 m/s u provozních zařízení, obsah reaktoru se ochladí na teplotu 5 až 30 °C při rychlosti míchání snížené na 1/4 až 1/10 původní hodnoty a produkt vyloučený ve formě granulí se filtruje a suší při teplotě 20 až 75 °C, případně se odfiltrovaný koláč rozplaví v 1 až 5 násobném objemu vody, případně s obsahem metanolu do 50 %, vyhřeje na teplotu 60 až 80 °C a za míchání se znovu ochladí na teplotu 5 až 30 °C a izoluje.