



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

224019
(11) (B1)

(22) Prihlásené 17 08 81
(21) (PV 6133-81)

(40) Zverejnené 28 01 83

(45) Vydané 15 04 86

[51] Int. Cl.³
C 07 C 59/70

(75)

Autor vynálezu

GÖGH TIBOR RNDr., KOLÁROVO, ĎURIŠ JURAJ ing., PEZINOK,
POÖR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob čistenia 2-metylfenoxyoctovej kyseliny

1

Predmetom vynálezu je spôsob čistenia technickej 2-metylfenoxyoctovej kyseliny, získanej z kondenzačného produktu 2-metylfenolátu sodného a monochlóroctanu sodného, pričom sa získa produkt vysokej čistoty.

2-metylfenoxyoctová kyselina sa používa pri výrobe rôznych organických zlúčenín, hlavne však pri výrobe 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, použiteľnej pri výrobe prostriedkov na ochranu rastlín.

Podľa dosiaľ známych postupov sa 2-metylfenoxyoctová kyselina vyrába kondenzáciou sodnej soli monochlóroctovej kyseliny a 2-metylfenolátu sodného, pričom sa získava technická tavenina 2-metylfenoxyoctovej kyseliny, obsahujúca okrem 2-metylfenoxyoctovej kyseliny aj krezolát sodný, monochlóroctan sodný a vedľajšie produkty kondenzácie. Získaný technický produkt 2-metylfenoxyoctanu sodného sa spracúva okyselením na technickú 2-metylfenoxyoctovú kyselinu, ktorá sa bez čistenia použije na ďalšie spracovanie.

Autori vynálezu zistili, že technickú 2-metylfenoxyoctovú kyselinu získanú kondenzáciou 2-metylfenolátu sodného a monochlóroctanu sodného po okyselení kyselinou chlórvovodíkovou možno izolovať z roztoku, premyť vodou, po vysušení pri teplote napríklad 60 °C a ďalej rozpustiť v benzéne. Získaný

2

roztok sa čistí za použitia aktívneho uhlia a po jeho odstránení sa z filtrátu nechá kryštalizovať 2-metylfenoxyoctová kyselina.

2-metylfenoxyoctan sodný, získaný vo forme technickej taveniny obsahujúcej aj krezolát sodný, monochlóroctan sodný, ako i vedľajšie produkty kondenzácie, sa rozpustí vo vode, pričom sa získa riadny roztok 2-metylfenoxyoctanu sodného, do ktorého sa pridáva kyselina chlórvovodíková v koncentrácii 10 až 35 % hmot. až do pH=1. Pridávanie kyseliny chlórvovodíkovej sa uskutočňuje za miešania, pričom dochádza k vyzrážaniu kyseliny 2-metylfenoxyoctovej. Vyzrážaná kryštalická kyselina 2-metylfenoxyoctová sa izoluje filtráciou. Takto získaná technická 2-metylfenoxyoctová kyselina sa rozpustí v benzéne, pridá sa aktívne uhlie, po premiešaní a následnom zahriatí sa aktívne uhlie izoluje z roztoku benzénu a filtrát se ochladí. Z filtrátu kryštalizuje 2-metylfenoxyoctová kyselina vysokej čistoty.

Proces kryštalizácie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny z benzénu možno opakovať viackrát sobne.

Po kryštalizácii 2-metylfenoxyoctovej kyseliny z benzénu sa získa 2-metylfenoxyoctová kyselina chromatografickej čistoty.

Na rozpustenie technického 2-metylfenoxyoctanu sodného možno použiť filtrát získaný

po filtrácii 2-metylfenoxyoctovej kyseliny. Po opakovanom použití je potrebné tento filtrát riediť prídavkom vody.

Predmet vynálezu možno využiť pri výrobe 2-metylfenoxyoctovej kyseliny **vysokej** čistoty.

Predmet vynálezu dokumentujú príklady, ktoré však nevyčerpávajú rozsah uplatnenia.

Pr í k l a d 1

250 g technickej sodnej soli 2-metylfenoxyoctovej kyseliny sa rozpustilo v 1000 ml vody a za intenzívneho miešania sa pridávala 25%-ná kyselina chlór vodíková dovtedy, kým sa nedosiahlo $\text{pH}=1$. Vypadnutá biela kryštalická látka sa odfiltrovala na Büchnerovom lieviku a premyla 2× so 100 ml vody. Po vysušení sa 2-metylfenoxyoctová kyselina rozpustila zahriatím v benzéne, pričom sa pridal 1 g aktívneho uhlia. Po premiešaní sa

aktívne uhlie odfiltrovalo a z filtrátu sa kryštalizáciou získala 2-metylfenoxyoctová kyselina s teplotou topenia $154,8^{\circ}\text{C}$.

Pr í k l a d 2

V pokuse sa postupovalo ako v príklade 1, pričom sa kryštalizácia z benzénu uskutočnila 2× a získaný produkt mal teplotu topenia $154,9^{\circ}\text{C}$ a bol chromatograficky čistý.

Pr í k l a d 3

V pokuse sa postupovalo ako v príklade 1, pričom sa na rozpustenie technickej 2-metylfenoxyoctovej kyseliny použil benzén, získaný z koncovej kryštalizácie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny chromatografickej čistoty. Získaný produkt, 2-metylfenoxyoctová kyselina, má teplotu topenia $154,6^{\circ}\text{C}$.

P R E D M E T V Y N Ā L E Z U

1. Spôsob čistenia technickej 2-metylfenoxyoctovej kyseliny, získanej kondenzáciou 2-metylfenolátu sodného a monochlóroctanu sodného a vyzrážaním z reakčnej zmesi okyselením kyselinou chlór vodíkovou, vyznačený tým, že sa vyzrážaná 2-metylfenoxyoctová kyselina izoluje z roztoku, premyje sa vodou, po vysušení pri teplote 60°C sa rozpustí v benzéne, pričom získaný roztok obsahuje

minimálne 5 % hmot. 2-metylfenoxyoctovej kyseliny, za prítomnosti aktívneho uhlia a po odstránení aktívneho uhlia z roztoku sa z filtrátu nechá kryštalizovať 2-metylfenoxyoctová kyselina.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačený tým, že sa na rozpustenie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny použije benzén, získaný z koncovej kryštalizácie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny.