



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

248478
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
C 07 C 53/16

[22] Prihlášené 23 07 84
[21] (PV 5640-84)

[40] Zverejnené 17 07 86

[45] Vydané 15 03 88

[75]
Autor vynálezu

VÁVRA BLAŽEJ, HOLKA VOJTECH, HAUSKRECHT PETER ing.,
MARCHALÍN MIROSLAV ing. CSc., LEHOTSÝ JÁN, MAKOVINSKÁ MÁRIA
ing., SVITEK IMRICH ing., PAŠKO ŠTEFAN ing., KOLLÁR ALOJZ,
GÜRTLER TIBOR, BRATISLAVA

(54) Spôsob výroby 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny

1

2

Spôsob výroby 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny sa uskutočňuje 2-metyl-fenoxyoctanu sodného s chlórňanom sodným v prítomnosti zriedenej minerálnej kyseliny.

Po chlorácii sa z roztoku vyzráža 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina minerálnou kyselinou, 2-metyl-4-chlóroctová kyselina sa od matečného roztoku minerálnych kyselín oddelí. Matečný roztok minerálnych kyselín sa použije na prípravu zriedeného roztoku minerálnej kyseliny použitej na chloráciu 2-metyl-fenoxyoctanu sodného.

Spôsob najde uplatnenie pri výrobe herbicídov.

Vynález sa týka prípravy 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny chloráciou 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny a jej sodnej soli chlórňanom sodným.

Kyselina 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctová a jej soli sa používajú ako veľmi účinné herbicídy. Najčastejšie sa pripravuje chloráciou 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny plynným chlór-om pri teplote 95 až 105 °C, ako je napísané v CS pat. č. 91 160. Kontinuálny spôsob chlorácie sodnej, draseľnej alebo sodnodraseľnej soli 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny vo vodnom roztoku je opísaný v CS pat. č. 99 892, kontinuálny spôsob chlorácie voľnej 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny plynným chlór-om opisuje CS pat. č. 107 807. Možnosť kombinácie chlorácie 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny plynným chlór-om a následným dochlorovaním chlórňanom uvádza CS AO číslo 172 188. Chloráciu 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny plynným chlór-om pri hodnote pH 4 až 6 opisuje FR pat. č. 1 116 266. Chloráciu vodným roztokom chlórňanu sodného pripraveného vopred alebo „in situ“ v reakčnej zmesi pri teplote 50 °C opisuje GB pat. č. 722 625. Chloráciu suspenzovanej 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny pri hodnote pH rovnnej 1 heterogénnej fáze za prítomnosti kyseliny chlór-ovodíkovej chlórňanom sodným pri teplote 20 °C opisuje DAS č. 1 027 680. Spôsob založený na pôsobení hydroxidu sodného alebo uhličitanu sodného na vodný roztok sodnej soli 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny a chloráciu chlór-om opisuje US pat. č. 2 770 651. Chlorácia sodnej soli 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny chlór-om v prítomnosti hydrouhličitanu je opísaná v GB pat. číslo 855 504. Výrobu 2-metylchlór-fenoxyoctovej kyseliny pomocou chlórňanu sodného v prítomnosti minerálnej alebo karboxylovej kyseliny, výrobu 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny pomocou chlórňanu sodného v prítomnosti minerálnej alebo karboxylovej kyseliny, výrobu 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny chloráciou sodnej soli 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny a získanie 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny vyzrážaním s prebytkom vodného roztoku minerálnej kyseliny opisuje CS AO č. 179 200.

Vo vyššie uvedených literárnych údajov sa nevenuje pozornosť využitiu matečných minerálnych kyselín po chlorácii 2-metyl-fenoxyoctanu sodného s chlórňanom sodným a vyzrážaní sodnej soli 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny v minerálnej kyseline s následným odfiltrovaním 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny od matečného roztoku minerálnych kyselín. Suspenzia 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny je dobre filtrovateľná pod hodnotou pH matečnej kyseliny 2.

Vyššie uvedené nedostatky zmierňujú postup výroby 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny chloráciou 2-metyl-fenoxyoctanu sodného chlórečňanom sodným v prítomnosti minerálnej kyseliny. Po chlorácii sa 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctová kyselina získa vyzrá-

žaním získaného roztoku v minerálnej kyseline. 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctová kyselina sa od matečného roztoku minerálnych kyselín odfiltruje. Podstata vynálezu spočíva v tom, že pre prípravu zriedenej minerálnej kyseliny, ktorá sa použije pri chlorácii 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny, sa použije matečný roztok minerálnych kyselín, ktorým sa riedi koncentrovaná minerálna kyselina na požadovanú koncentráciu.

Prínosom oproti CS AO č. 179 200 je, že vzniká podstatne menej odpadových vôd, pričom sa zníži ich kyslosť a tým nutnosť následnej neutralizácie. V recirkulujúcich matečných luhoch minerálnych kyselín sa nachádza 2 až 15 g/l 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny (v závislosti na teplote, hodnote pH a minerálnej kyseline), pričom podstatná časť z nich sa použije a neodchádza do odpadných vôd. Vzhľadom k tomu, že na prípravu minerálnych kyselín sa nepoužíva voda, prakticky sa nerozpúšťajú fenoxyoctové kyseliny získané chloráciou, ale v matečnom roztoku recirkulujú. Okrem fenoxyoctových kyselín recirkuluje i časť minerálnych kyselín, ktoré sa využijú na následnú chloráciu. Oproti CS AO č. 179 200 sa dosiahnu vyššie výťažky 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny, zníži sa spotreba minerálnych kyselín a zlepši sa kvalita odpadných vôd.

Príklad 1

K 950 g vodného 13,1 % hmot. roztoku 2-metyl-fenoxyoctanu sodného sa pridalo 620 g 12,8% hmot. NaClO a 140 ml 35% H₂SO₄. Zmes sa miešala, pri čom teplota neprevýšila 45 °C. Po 1 hodinovom miešaní sa roztok vliat do 700 g 9,1% hmot. H₂SO₄. Vyzrážaná 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctová kyselina se odfiltrovala od matečného roztoku minerálnych kyselín, ktorého bolo 2 210 g s koncentráciou 6,2 g/l fenoxyoctových kyselín (zmes 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny, 2-metyl-6-chlór-fenoxyoctovej kyseliny a 2-metyl-4,6-dichlór-fenoxyoctovej kyseliny). Získalo sa po vysušení 132,1 g 90,4% hmot. 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny, 4,2% hmot. 2-metyl-6-chlór-fenoxyoctovej, 2,1% hmot. 2-metyl-4,6-dichlór-fenoxyoctovej a 1,2% hmot. 2-metyl-fenoxyoctovej.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že matečný roztok minerálnych kyselín sa použil na prípravu 35% hmot. H₂SO₄ riedením 96% hmot. H₂SO₄. Získalo sa 134,4 g 90,6% hmot. 2-metyl-4-chlór-fenoxyoctovej kyseliny.

Príklad 3

Do reakčného kotlíka sa dalo 1,940 g

15,1% hmot. 2-metylfenoxyoctanu sodného a 1 317 g 14,0% hmot. NaClO. K zmesi sa pridávalo 1 015 g 5,0% hmot. HCl. Po pridání komponent sa obsah kotlíka miešal 1 h. Potom sa roztok vliat do 1 000 g 1,9% hmot. KCl. Vyzrážaná 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa odfiltrovala od matečného roztoka kyseliny chlórhydrovej. Získalo sa vysušením 305,1 g 90,4% hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Matečná kyselina chlórhydrovej obsahovala 5,7 g/l fenoxycetových kyselín.

Príklad 4

Postupovalo sa podľa príkladu 3 s tým rozdielom, že 5% hmot. HCl sa pripravila zierením 32% hmot. HCl s matečným roztokom kyseliny chlórhydrovej.

Získalo sa vysušením 302,1 g 91,6% hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, matečná kyselina chlórhydrovej obsahovala 2,3 g/l fenoxycetových kyselín.

Vynález je možno použiť pri príprave 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá sa používa pri výrobe herbicídnych prípravkov.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou 2-metylfenoxyoctanu sodného s chlórnanom sodným v prítomnosti zriedenej minerálnej kyseliny, pričom po chlorácii sa zo získaného roztoku uvoľní 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina vyzrážaním v prebytku vodného roztoku minerálnej kyseliny a 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa oddelí od matečného roztoku

minerálnych kyselín, vyznačujúci sa tým, že pri chlorácii 2-metylfenoxyoctovej kyseliny chlórnanom sodným používa zriedená minerálna kyselina pripravená zriedením koncentrovanej minerálnej kyseliny koncentrácie 25 až 99% hmot. matečným roztokom obsahujúcim 0,1 až 3% hmot. minerálnej kyseliny na koncentráciu zriedenej minerálnej kyseliny 5 až 40 % hmot.