



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.01.1972 (P. 152731)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1975

Kl. 451,17/10

MKP A01n 17/10

Twórcy wynalazku: Józef Masłosz, Zbigniew Czerwiński, Stefan Mosiński

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Przemysłu Organicznego,
Warszawa (Polska)

**Sposób wytwarzania stabilnych roztworów emulgujących
estrów kwasów fenoksyoctowych**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stabilnych roztworów emulgujących estrów kwasów fenoksyoctowych.

Estry kwasów fenoksyoctowych, a głównie estry kwasu 2,4-dwuchlorofenoksyoctowego (2,4-D) i 2,4,5-trójklorofenoksyoctowego (2,4,5-T) są znanymi herbicydami. Otrzymywanie tych związków polega na estryfikacji kwasu fenoksyoctowego odpowiednim alkoholem w obecności kwasu siarkowego lub chlorobenzenosulfonowego jako katalizatora, przy jednoczesnym usuwaniu wody z masy poreakcyjnej. Wodę usuwa się zwykle za pomocą azeotropowej destylacji z benzenem lub alkoholem użytym do syntezy w nadmiarze. Masę poreakcyjną zobojętnia się w sposób mniej lub bardziej dogodny pod względem technologicznym za pomocą sody, wodorotlenków metali alkalicznych lub amin. Z reguły ester techniczny — koncentrat wydziela się w końcowej fazie produkcji z jego roztworów przez oddestylowanie rozpuszczalnika.

Otrzymywane według znanych metod estry techniczne kwasów fenoksyoctowych mają odczyn kwaśny i zawierają zawsze pewne ilości kwasów nieorganicznych, organicznych jak również i ich soli rozpuszczonych w estrze. W warunkach laboratoryjnych i przemysłowych zanieczyszczenia występujące w tych estrach, szczególnie w postaci różnych soli aminowych i innych soli, uniemożliwiają przygotowanie z nich trwałych roztworów emulgujących. Tworzą one bowiem z emulgatora-

2

mi związki kompleksowe, które w postaci nierozpuszczalnego osadu wydzielają się z roztworu emulgującego. Oddzielenie osadu nie rozwiązuje problemu, gdyż po jego odsączeniu następuje ponowne jego wytrącenie. Ponadto w wyniku tego wytrącenia wydziela się z roztworu część emulgatora i tym samym własności emulgujące roztworu ulegają zdecydowanemu pogorszeniu. Dla otrzymania stabilnych roztworów emulgujących tych estrów zachodzi konieczność ich oczyszczania przez frakcjonowaną destylację pod zmniejszonym ciśnieniem i dalszą przeróbkę. Proces taki jest bardzo uciążliwy i nieekonomiczny, gdyż wymaga kosztownych urządzeń i dużego nakładu energii.

Celem wynalazku jest opracowanie łatwego i dogodnego sposobu przygotowywania stabilnych roztworów emulgujących estrów kwasów fenoksyoctowych z technicznych, niedestylowanych produktów.

Dla osiągnięcia tego celu koniecznym było całkowite usunięcie zanieczyszczeń z technicznych produktów. Zagadnienie to rozwiązano przez rozpuszczenie estru technicznego w hydrofobowym rozpuszczalniku co pozwoliło na całkowite usunięcie z niego zanieczyszczeń za pomocą aminy.

Sposób będący przedmiotem niniejszego wynalazku polega na tym, że w celu oczyszczenia estru technicznego — koncentratu od zanieczyszczeń w nim zawartych, ester techniczny rozpuszcza się w hydrofobowym rozpuszczalniku tym, który sto-

sowany jest do sporządzenia formy użytkowej np.: ksylenie lub solwentnafcie i następnie roztwór taki miesza się z aminą aromatyczną lub alifatyczną, korzystnie z etanoloaminą. Aminę dodaje się w takiej ilości, aby uzyskać pH roztworu w zakresie 5—9, korzystnie 6,5—7,5. Wytrącający się w wyniku mieszania roztworu estru z aminą osad w postaci różnych soli jak również i inne zanieczyszczenia, szybko koaguluje i sedymentuje. Osad ten usuwa się z roztworu estru przez jego dekantację lub filtrację. Do oczyszczonego roztworu ksylenowego lub w solwentnafcie estru kwasu fenoksyoctowego dodaje się następnie odpowiednie emulgatory i otrzymuje w ten sposób gotowy roztwór emulgujący. Tak otrzymany roztwór jest stabilny i w czasie długotrwałego magazynowania nie wydzielają się z niego osady.

Przykład: 650 kg technicznego estru kwasu 2,4,5-trójchlorofenoksyoctowego miesza się w temperaturze 30—40°C z 30 kg solwentnafty. Następnie do otrzymanego roztworu estru podczas mieszania dodaje się stopniowo monoetanoloaminę aż do momentu uzyskania pH roztworu w zakresie 6,5—7,5. Podczas dodawania monoetanoloaminy

z roztworu estru wytrąca się osad, który dosyć szybko koaguluje i sedymentuje. Otrzymany roztwór pozostawia się do sedymentacji osadu na okres 5—8 godzin. Roztwór estru następnie dekantuje się z nad osadu, dodaje się do niego około 40—50 kg emulgatora P-3 i miesza w ciągu 5—10 minut. W ten sposób otrzymuje się gotowy i stabilny roztwór emulgujący estru kwasu 2,4,5-trójchlorofenoksyoctowego. W opisany sposób otrzymuje się również stabilne roztwory emulgujące innych estrów kwasów fenoksyoctowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania stabilnych roztworów emulgujących estrów kwasów fenoksyoctowych, **znamienny tym**, że techniczny ester kwasu fenoksyoctowego rozpuszcza się w hydrofobowym rozpuszczalniku, np. ksylenie, solwentnafcie itp. dodaje aminę aromatyczną lub alifatyczną, po czym wytrącone w postaci osadu zanieczyszczenia usuwa się znanymi metodami a następnie dodaje emulgatora.