



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

265 751

(11) (B1)

(13)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 51/41

(22) Prihlášené 06 08 84

(21) PV 5976-84

(40) Zverejnené 14 03 89

(45) Vydané 15 12 89

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK,
ONDEJKA VOJTECH ing., ZERVAN IVAN ing., MARCHALIN MIROSLAV ing. CSc.,
POÓR RÓBERT ing. CSc., BRATISLAVA

(54) **Spôsob výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny**

(57) Rieši sa výroba dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, pričom na neutralizáciu minerálnych kyselín, ktoré obsahuje 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina sa použije amoniak, uhličitán amonný, hydroxid alebo kysličník alkalického kovu alebo kovu alkalických zemín. 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina sa potom neutralizuje vodným roztokom dimetylamínu. Riešenie je možné použiť pri výrobe dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, ktorá sa používa ako herbicíd.

Vynález sa týka výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová a jej soli sa používajú ako veľmi účinné herbicidy. Najčastejšie sa pripravuje chloráciou 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri teplote 95 až 105 °C, ako je opísané v ČSSR patente 91 160. Kontinuálny spôsob chlorácie sodnej, draselnej alebo sodnodraselnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny vo vodnom roztoku je opísaný v ČSSR patente 99 892, kontinuálny spôsob chlorácie voľnej 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom opisuje ČSSR patent 107 807. Možnosť kombinácie chlorácie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom s následným dochlórňovaním chlórňanom uvádza ČSSR AO 172 188. Chloráciu 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri hodnote pH 4 až 6 opisuje francúzsky patent 1 116 266. Chloráciu vodným roztokom chlórňanu sodného pripraveného vopred alebo "in situ" v reakčnej zmesi pri teplote 50 °C opisuje patent v. Británie 722 625. Chloráciu suspendovanej 2-metylphenoxyoctovej kyseliny pri hodnote pH rovnjej 1 v heterogénnej fáze za prítomnosti kyseliny chlórvoďíkovej chlórňanom sodným pri teplote 20 °C opisuje DAS 1 027 680. Chlorácia sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlórrom v prítomnosti hydrouhličitánu je opísaná v patente v. Británie 855 504. Výrobu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny pomocou chlórňanu sodného v prítomnosti minerálnej alebo karboxylovej kyseliny, výrobu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny a získanie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny vyzrážaním s prebytkom vodného roztoku minerálnej kyseliny opisuje ČSSR AO 179 200.

Nevýhodou prípravy podľa čs. AO 179 200 je, že sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina získa z roztoku po chlorácii vyzrážaním z prebytku minerálnej kyseliny, s následným odfiltrovaním 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny od matečného lúhu minerálnych kyselín.

Filtračný koláč obsahuje 30 až 80 % hmot. phenoxyoctových kyselín, pričom zvyšok do 100 % hmot. tvorí prevažne matečný roztok minerálnych kyselín s koncentráciou 0,2 až 2 % hmot. minerálnej kyseliny. Koncentrácia minerálnych kyselín v matečnom roztoku sa v uvedenom rozmedzí udržiava z toho dôvodu, že suspenzia 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny je v tomto rozmedzí dobre filtrovateľná. Premývanie filtračného koláča sa nerobí z toho dôvodu, že 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina je rozpustná vo vode 2 až 10 g/l (podľa teploty), čo môže zapríčiniť straty produktu. Pri neutralizácii filtračného koláča neutralizačné činidlo okrem neutralizácie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizuje prednostne minerálne kyseliny, čím sa zapríčiňuje jeho strata. Toto je nevýhodné hlavne pri použití drahších neutralizačných činidiel napr. dimetylamínu.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová sa pripraví chloráciou 2-metylphenoxyoctanu sodného s NaClO v prítomnosti minerálnej kyseliny. Zo získaného roztoku sa získa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina vyzrážaním v prebytočnej minerálnej kyseline. Zo suspenzie sa vyzrážaná 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina odfiltruje. Filtračný koláč obsahuje okrem 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny aj matečný roztok minerálnych kyselín koncentrácií 0,2 až 2 % hmot. minerálnej kyseliny. Podstata vynálezu je v tom, že sa vo filtračnom koláči najskôr neutralizujú minerálne kyseliny hydroxidmi, kysličníkmi, uhličitánmi alkalických kovov alebo alkalických zemín alebo amoniakom alebo uhličitánom amónnym, prípadne zmesou vyššie uvedených látok. Potom sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina zneutralizuje dimetylamínom na dimetylamínovú soľ 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Výhodou postupu podľa vynálezu je to, že sa použije na neutralizáciu minerálnych kyselín z filtračného koláča 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, lacnejšie neutralizačné činidlo ako dimetylamín, pričom sa výrobok zlacní. Na herbicídnych vlastnostiach dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa nič nezmení. Prevedenie vynálezu je jednoduché dávkovanie sa dá robiť na základe obsahu minerálnych kyselín vo filtráte po filtrácii 1-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

P r í k l a d 1

2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa pripravila podľa čs. AO 179 200. Filtračný koláč obsahoval 42 % hmot. fenoxycetových kyselín s obsahom 91,6 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a 1,8 % hmot. kyseliny chlorovodíkovej. Najprv sa neutralizovala kyselina chlorovodíková ekvimolárnym množstvom 23 % hmot. amoniaku a potom sa zneutralizovala 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina s 40,6 % hmot. vodným roztokom dimetylamínu. Získaná dimetylamínová soľ sa upravila pridaním vody na koncentráciu, pod ktorou sa predáva ako výrobok (Aminex Pur). Po úprave roztok obsahoval 28,5 % hmot. dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a 0,2 % hmot. voľného dimetylamínu.

P r í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa miesto amoniaku použil 10 % hmot. roztok KOH. Po úprave roztok obsahoval 29,2 percent hmot. dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a 0,4 % hmot. voľného dimetylamínu.

P r í k l a d 3

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že miesto amoniaku sa použil $Mg(OH)_2$. Po úprave roztok obsahoval 29,8 % dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a neobsahoval voľný dimetylamín.

P r í k l a d 4

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa miesto amoniaku použil 10-%ný roztok Na_2CO_3 . Po úprave roztok obsahoval 28,2 percent dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a 0,1 % hmot. voľného dimetylamínu.

P r í k l a d 5

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa na miesto amoniaku použil mletý kysličník vápenatý s obsahom 93,6 % hmot. CaO. Po úprave roztok obsahoval 29,0 % hmot. dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a neobsahoval voľný dimetylamín.

Vynález je možné použiť pri výrobe dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizáciou 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny dimetylamínom, pričom 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa pripraví chloráciou 2-metylphenoxyoctanu sodného s chlorhanom sodným v prítomnosti minerálnej kyseliny a zo získaného roztoku sa vyzráža 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina v prebytku minerálnej kyseliny a zo suspenzie sa oddelí filtráciou od matečného roztoku minerálnych kyselín, vyznačujúci sa tým, že sa najskôr minerálna kyselina z filtračného koláča 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizuje hydroxidom, uhličitanom, kysličníkom alkalického kovu alebo kovu alkalických zemín, amoniakom alebo uhličitanom amónnym a potom sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina zneutralizuje dimetylamínom.