



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210938

(11)

(B1)

(21) (PV 8192-79)
(22) Přihlášeno 28 11 79

(51) Int. Cl.³
C 07 C 51/42

(40) Zveřejněno 30.06.81

(45) Vydáno 15.01.84

(75)
Autor vynálezu

PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing. CSc., HEYBERGER ALEŠ ing., PRAHA,
ŠPLHÁČEK ROMAN ing., PEZINOK, JANCINA OTAKAR ing., HANDLOVSKÝ
ANDREJ ing., BRATISLAVA

(54) Způsob kontinuální rafinace surových 2-metyl-4-chlorfenoxy- karbonových kyselin

Vynález se týká způsobu kontinuální rafinace surových 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonových kyselin toluenem za pomoci vibrací.

Při výrobě 2-metyl-4-chlorfenoxyalkankarbonových kyselin reakcí sodné soli 2-metyl-4-chlorfenolu a monochloralkankarbonanu sodného s alkalickým prostředím se získává reakční směs představující vodný roztok 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonanu sodného a nezreagovaného přebytku 2-metyl-4-chlorfenolátu sodného. Přítomnost této výchozí látky je nežádoucí, jelikož by způsobovala nepřipustné znečištění produktu a ztráty, kdyby nebyla před dalším zpracováním z reakční směsi oddělena a regenerována.

Dosavadní způsob rafinace spočíval v tom, že se nezreagovaný 2-metyl-4-chlorfenol z reakčního prostředí vydestiloval vodní párou. Destilací vodní párou však není možno z reakčního prostředí oddělit všechny 2-metyl-4-chlorfenol, který se pak hromadí v hotovém produktu a tento nepřipustnou měrou znečišťuje.

Uvedené nedostatky dosavadního způsobu se podařilo překvapivě odstranit způsobem kontinuální rafinace 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonových kyselin obsažených v reakční směsi, vznikající při jejich výrobě, ve formě svých sodných solí a znečištěných především přítomností nezreagované sodné soli 2-metyl-4-chlorfenolu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že pH reakční směsi se upraví na hodnotu 6,3 až 6,7 přidávkou kyseliny solné, takže směs pak obsahuje vedle sodné soli 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonových kyselin nedisociovaný 2-metyl-4-chlorfenol a tato směs se extrahuje protiproudě toluenem za použití vibrací.

Vodný rafinát se zbaví strženého a rozpuštěného toluenu a zbytků 2-metyl-4-chlorfenolu azeotropickou destilací, přičemž toluen získaný destilací se spojí s toluenovým extraktem.

210938

Refinovaný vodný roztok sodné soli kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonové jde na další zpracování. Toluenový extrakt se potom zbaví 2-metyl-4-chlorfenolu reextrakcí vodným roztokem louhu sodného, načež se od vodné fáze toluen oddělí a současně přečistí azeotropickou destilací. Získaný vodný roztok 2-metyl-4-chlorfenolátu sodného se vrací do reakce.

Tento způsob má několik výhod. Předně umožňuje dosáhnout vysoké čistoty výstupní kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonové. Současně je možno na minimum snížit ztráty 2-metyl-4-chlorfenolu. Účinná extrakce za pomoci vibrací rovněž umožňuje snížit spotřebu toluenu a tím spotřebu energie na jeho destilaci. Popsaná kontinuální rafinace je také základním předpokladem pro kontinualizaci celé výroby a tím snížení její pracnosti.

Na přiloženém obrázku je schematicky znázorněn způsob kontinuální rafinace kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonové. Reakční směs 1 se upraví přidávkou kyseliny solné 2 na pH 6,3 až 6,7. Takto upravená vodná reakční směs 3 se protiproudě extrahuje toluenem 4 za účinku vibrací. Při extrakci přejde nezreagovaný 2-metyl-4-chlorfenol do toluenové fáze: vodná fáze 5 se zbaví zbytků toluenu azeotropickou destilací a tento proud 7 jde na další zpracování. Toluenový extrakt 6 se spojí s toluenem 8 z azeotropické destilace I a extrahuje se z něho vodným roztokem hydroxidu sodného 9 2-metyl-4-chlorfenol. Po extrakci II se proud 10 obou fází, vodné i toluenové, podrobí azeotropické destilaci II. Zbytek 11 se vrací zpět do reakce a destilát 4 se znovu použije pro extrakci I.

P ř í k l a d

Byla provedena extrakce reakční směsi, obsahující 30,5 % hm. sodné soli kyseliny 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonové, 5,3 % hm. 2-metyl-4-chlorfenolu, 9,9 % hm. chloridu sodného, 3,3 % hm. glykolátu sodného a zbytek vody a mající hodnotu pH 6,5, toluenem ve vibračním patrovém extraktoru při 80 °C.

Extraktor měl vnitřní průměr 15 cm a účinnou délku 4 m, bylo v něm umístěno 39 pater s teflonovými perforovanými deskami, kterým byl udílen vibrační pohyb ve svislém směru s amplitudou 0,2 cm a frekvencí 3,4 Hz. Objemový průtok vodné fáze byl 180 l/h, toluenu 90 l/h. Rozptylována byla vodná fáze. Konečná koncentrace 2-metyl-4-chlorfenolu ve vodné fázi byla 30 ppm.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob kontinuální rafinace surových 2-metyl-4-chlorfenoxykarbonových kyselin obsahujících ve formě svých sodných solí v alkalickém vodném roztoku a znečištěných přítomností 2-metyl-4-chlorfenolátu sodného, vyznačující se tím, že se pH roztoku upraví na pH 6,3 až 6,7 a uvolněný 2-metyl-4-chlorfenol se extrahuje z vodného roztoku protiproudě toluenem za použití vibrací.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že teplota vodného roztoku a toluenu je 50 až 90 °C.

3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že vodný roztok je rozptylován do roztoku toluenového.

4. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se toluen obsahující vyextrahovaný 2-metyl-4-chlorfenol zbaví této složky extrakcí vodným roztokem hydroxidu sodného.

5. Způsob podle bodů 1 a 4, vyznačující se tím, že se toluen oddělí od vodného roztoku hydroxidu sodného, obsahujícího 2-metyl-4-chlorfenolát sodný, azeotropickou destilací.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se vodný roztok 2-metyl-4-chlorfenoxycarbonové kyseliny po extrakci toluenem zbaví zbytků toluenu a 2-metyl-4-chlorfenolu azeotropickou destilací, přičemž se destilát spojí s toluenem vystupujícím z estrakce.

1 list výkresů

