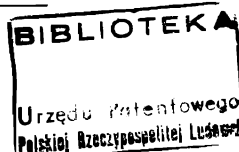




Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 18.III.1963 (P 101 039)

Pierwszeństwo:



Opublikowano: 23.IV.1965

Kl. 12-6, 11

MKP C 07 c 59/26

UKD

Współtwórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Tadeusz Ostrowski,
Witold Tomasiak

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

**Sposób wytwarzania środków chwastobójczych opartych na
solach kwasów metylo-chloro-fenoksyoctowych w postaci
stałej**

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środków chwastobójczych opartych na stałych solach sodowych i potasowych technicznych kwasów metylo-chloro-fenoksyoctowych oraz ich mieszaninach.

Sole kwasów metylo-chloro-fenoksyoctowych, zwłaszcza najbardziej znanego z nich kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego, wytwarzane są w formie 20—40%-owych roztworów wodnych lub proszków i łusek do rozpuszczania w wodzie. Bardziej poszukiwane są preparaty stałe, zawierające wyższy procent składnika aktywnego, łatwiejsze w użyciu, transporcie i przechowywaniu, szczególnie w okresie zimowym. Mimo, iż preparaty w formie stałej są znane od szeregu lat, to ich produkcja narażona ciągle poważne trudności. Sól sodowa i potasowa kwasów metylo-chloro-fenoksyoctowych nie krystalizują nawet ze stężonych roztworów wodnych z uwagi na doskonałą rozpuszczalność oraz występujące zawsze w produktach technicznych zanieczyszczenia. Omawiane sole otrzymywano dotychczas drogą odparowywania wodnych roztworów odpowiednich soli do sucha, na specjalnych urządzeniach, jak suszarnie rozplywowe, walce ze skrobakami itp. Urządzenia te wymagają sporządzenia wyjściowych roztworów z soli o znacznej czystości, ostrej temperaturze topnienia i ściśle określonym stężeniu. Sole o mniejszej czystości, zwłaszcza zawierające smoliste domieszki

2

zalepiają suszarnie i walce oraz dają produkt trudny do konfekcjonowania.

Według wynalazku środki chwastobójcze otrzymuje się bezpośrednio przez reakcję równomolowych ilości stałych, bezwodnych wodorotlenków sodu lub potasu ze stopionymi technicznymi kwasami metylo-chlorofenoksyoctowymi. Proces prowadzi się w dwu etapach: w pierwszym etapie ogrzewa się reagenty do temperatury 100°—110°C w czasie 0,5 — 2,0 godzin a w drugim etapie w takim samym czasie ogrzewa do temperatury powyżej 140°C. Następnie w celu stabilizacji otrzymanej soli dodaje się kwaśnego lub obojętnego węglanu sodu lub potasu, w ilości 1 — 5% wagowych w stosunku do użytego kwasu, a następnie otrzymany stop soli zostala się przez wychłodzenie. Można również w I etapie procesu wprowadzić do reakcji z kwasem niecałą ilość wodorotlenku lecz jego część, wówczas resztę wodorotlenku wprowadza się w II etapie procesu.

Sposób według wynalazku odznacza się licznymi zaletami; przede wszystkim eliminuje operację odparowywania i suszenia soli i może być stosowany zarówno do wytwarzania soli z kwasów czystych jak i zanieczyszczonych, niskotopliwych kwasów technicznych i ich mieszanin. Do otrzymywania soli sposobem według wynalazku wystarczy proste urządzenie składające się ze stalowego reaktora z mieszałem i płaszczem grzejnym, przy czym urządzenie takie jest wielokrotnie bardziej wydaj-

ne i mniej energochłonne aniżeli urządzenia stosowane dotychczas.

Otrzymany w wyniku procesu stop soli może być granulowany bezpośrednio przez wykraplanie go na chłodzone tarcze lub walce, łuskowany na łuskowniku walcowym lub zestalony na tacach i mielony.

Przykład I. Do reaktora żeliwnego, pojemności 25 litrów, zaopatrzonego w płaszcz grzejny i mieszadło ładuje się 14,3 kg technicznego kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego oraz 1,27 kg stałego granulowanego wodorotlenku sodowego. Następnie zawartość reaktora powoli ogrzewa się do temperatury 110°C uruchamiając jednocześnie mieszadło. Gdy temperatura stopu osiągnie 110°C dodaje się resztę stałego wodorotlenku sodowego w ilości 1,27 kg i grzeje dalej. Zobojętnianie uważa się za zakończone gdy temperatura w reaktorze osiągnie 140°C — 145°C. Wtedy to w celu stabilizacji do stopionej soli dodaje się 0,21 kg kwaśnego węglanu sodowego i dalej miesza w ciągu 30 minut utrzymując temperaturę 140—145°C. Otrzymany stop soli sodowej technicznego kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego spuszcza się na tacę i po ostudzeniu i zestaleniu rozdrabnia do pożądanej wielkości.

Przykład II. Do reaktora jak w przykładzie I ładuje się 12,5 kg technicznego kwasu 3-me-

tylo-4-chlorofenoksyoctowego oraz 2,9 kg stałego granulowanego wodorotlenku potasowego. Po uruchomieniu mieszadła zawartość reaktora ogrzewa się do 100—110°C w czasie jednej godziny po czym temperaturę zwiększa stopniowo do 160°C. Następnie do mieszaniny dodaje się 0,2 kg węglanu potasowego bezwodnego i po 30 minutowym mieszaniu otrzymany produkt w postaci stopu granuluje się w tarczowym granulatorze.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania środków chwastobójczych opartych na solach kwasów metylo-chloro-fenoksyoctowych w postaci stałej, **znamienny tym**, że stopiony kwas metylo-chloro-fenoksyoctowy ogrzewa się ze stałym wodorotlenkiem sodu lub potasu w ilościach stechiometrycznych w dwu etapach. najpierw do temperatury 100 — 110°C w ciągu 0,5 — 2,0 godzin, a następnie do temperatury powyżej 140°C w ciągu 0,5 — 2,0 godzin, przy czym stosuje się odrazu całą ilość wodorotlenku lub w pierwszym etapie ogrzewania wprowadza się jego część, a resztę w drugim etapie, utworzoną sól stabilizuje się węglanem lub kwaśnym węglanem sodu lub potasu w ilości 1 — 5% wagowych w stosunku do wyjściowego kwasu i otrzymany stop zestala przez schłodzenie.