



Patent dodatkowy  
do patentu

Zgłoszono: 19.X.1964 (P 106 014)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 7.XI.1966

Kl. 12 q, 14/04

MKP C 07 c 59/26

UKD

**BIBLIOTEKA**

Urząd Patentowy  
Polski

Współtwórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Aleksander Chomicz  
Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Sarżyna”, Sarżyna (Polska)

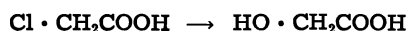
## Sposób wytwarzania kwasów metylochlorofenoksyoctowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kwasów metylochlorofenoksyoctowych o wzorze 1 drogą kondensacji metylochlorofenoli z kwasem chlorooctowym.

Znane sposoby wytwarzania kwasów metylochlorofenoksyoctowych polegają na ogrzewaniu mieszaniny soli sodowych metylochlorofenoli z solą sodową kwasu chlorooctowego w środowisku wodnym. Synteza przebiega według równania podanego na schemacie 1.

Wydajność procesu limitowana jest przez zachodzącą w warunkach syntezy uboczną reakcję hydrolizy kwasu chlorooctowego do kwasu glikolowego:



Reakcja ta jest przyczyną znacznych strat kwasu chlorooctowego, oraz niskiej wydajności procesu obliczonego w stosunku do tego surowca. Znane są różne sposoby zmierzające do zahamowania reakcji hydrolizy. Nie dają one jednak zadowalających wyników, ponieważ metylochlorofenol stosowany jest w syntezie w niedomiarze lub ilości równomolewej w stosunku do kwasu chlorooctowego, a zakres pH przy wprowadzaniu kwasu chlorooctowego do mieszaniny reagującej wynoszący 7—10,5 jest niewłaściwy. W znanych sposobach syntezy wydajność otrzymanego produktu obliczona na kwas chlorooctowy osiąga 70 do 85%. Pozostałe 15 do 30% kwasu chlorooctowego ulega hydrolizie.

2

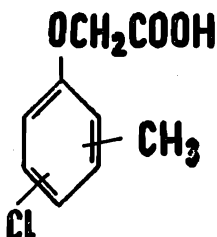
Stwierdzono, że zachowanie silnie alkalicznego środowiska reakcji (pH powyżej 12) w początkowym okresie kondensacji, oraz stosowanie 0,05—0,50 molowego nadmiaru metylochlorofenolu ma zasadnicze znaczenie dla zahamowania reakcji hydrolizy. I tak na przykład prowadząc kondensację z 0,1, 0,2 i 0,3 molowym nadmiarem 2-metylo-4-chlorofenolu przy wartości początkowego pH mieszaniny reagującej powyżej 12, otrzymuje się odpowiednio 87,92, 96% wydajności kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego w stosunku do ilości wyjściowego kwasu chlorooctowego. W przypadku tak prowadzonej syntezy ilość hydrolizowanego kwasu chlorooctowego zmniejsza się odpowiednio do 13,8, i 4%. Nadmiar użytego metylochlorofenolu w warunkach syntezy nie ulega rozkładowi i po zregenerowaniu z mieszaniny pokondensacyjnej może być ponownie zastosowany do syntezy. Regeneracja ta pozwala na otrzymanie wysokiej wydajności procesu również w stosunku do ilości wyjściowego metylochlorofenolu.

Przykład. Do 185 g 3-metylo-4-chlorofenolu (0,3 molowy nadmiar) doprowadzonego 40-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego do reakcji silnie alkalicznej (pH 12,5) dozjuje się w czasie godziny w temperaturze 95—98°C, 260 g 45-procentowego roztworu wodnego soli sodowej kwasu chlorooctowego. Mieszaninę ogrzewa się w temperaturze 98—103°C po czym rozcieńcza 500 ml wody i nieprzereagowany 3-metylo-4-chlorofenol oddestylo-

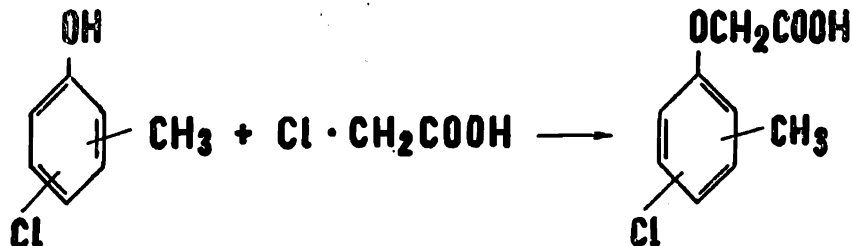
wuje z parą wodną pH 7—8. Po odebraniu około 500 ml destylatu, roztwór ochładza się do temperatury pokojowej, zakwasza kwasem mineralnym do pH = 1—2, wytrącony osad produktu oddziela przez filtrację i suszy do stałej masy. Otrzymuje się 190 g kwasu 3-metylo-4-chlorofenoksyoctowego co stanowi 95% wydajności w stosunku do wyjściowego kwasu chlorooctowego, oraz 40 g zregenerowanego 3-metylo-4-chlorofenolu. Wydajność w stosunku do 3-metylo-4-chlorofenolu, z uwzględnieniem regeneracji wynosi 93%.

## Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasów metylochlorofenoksyoctowych o wzorze 1 przez ogrzewanie kwasu chlorooctowego z metylochlorofenolami w środowisku alkalicznym, **znamienny tym**, że reakcję prowadzi się w początkowym okresie przy wartości pH powyżej 12, przy czym metylochlorofenol stosuje się w 0,05—0,50 molowym nadmiarze w stosunku do ilości kwasu chlorooctowego.



wzór 1



schemat 1