



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 485

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 27 11 80

(21) PV 8212-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 59/70

// A 01 N 37/38

(40) Zveřejněno 31 12 81

(45) Vydáno 01 07 84

(75)

Autor vynálezu SCHREIBER JIŘÍ dr.ing.CSc., PARDUBICE

PSCHEIDT JIŘÍ ing., BOHDANEČ

JANDA FRANTIŠEK ing., PARDUBICE

(54) Způsob přípravy kyseliny 2-naftyloxyoctové

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny 2-naftyloxyoctové, která se používá jako růstový stimulátor, kondenzací 2-naftolátu a monochloroctanu sodného v molárním poměru 1 : 0,8 až 5, přičemž při přípravě roztoku monochloroctanu sodného nebo jeho směsi s 2-naftolátem je nutno dodržovat teplotu do 40 °C. Reakční směs se rychle vyhřeje na teplotu kondenzace a teplota se udržuje 4 až 14 hodin.

Vynález se týká způsobu přípravy kyseliny 2-naftyloxyoctové kondenzací 2-naftolátu sodného s monochloroctanem sodným v alkalickém prostředí.

Dosud známé způsoby přípravy kyseliny 2-naftyloxyoctové, která se používá jako růstový stimulátor, jsou založeny na kondenzaci roztoků 2-naftolátu a monochloroctanu v molárním poměru 1 : 1 a zahřívání reakční směsi na vodní lázni po dobu 3,5 hodiny. Po této době se začíná vylučovat produkt. Po dalších 30 minutách se reakční směs okyselí kyselinou chlorovodíkovou, produkt se odsaje a vysuší. Získá se nazelenalý produkt o teplotě tání 135 až 138 °C, který se čistí vytřepáváním s eterem nebo přes amonnou sůl; 2-naftol však zreaguje pouze ze 70 %. Při podobném provedení, avšak s molárním poměrem 2-naftolu a kyseliny monochloroctové 1 : 1,43 byl získán produkt o teplotě tání 145 až 150 °C. Čistá kyselina naftyloxyoctová byla získána ze surového produktu po vytřepání eterem a rekrytalizací z vody ve formě lesklých primastických jehlic o teplotě tání 156 °C.

Nyní bylo nalezeno, že konverzi 2-naftolu lze podstatně zvýšit způsobem přípravy kyseliny naftyloxyoctové podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se kondenzací podrobí roztok 2-naftolátu sodného a monochloroctanu sodného za přidavku hydroxidu sodného v množství o 1 až 20 % vyšším, než je množství teoreticky potřebné, přičemž se použije roztok monochloroctanu sodného nebo jeho směsi s 2-naftolátem, připravený při teplotě 10 až 40 °C. Reakční směs se vyhřeje během 10 až 80 minut na 60 až 100 °C a na této teplotě se udržuje po dobu 4 až 14 hodin, při hmotnostním poměru reagujících komponent k veškeré vodě 1 : 1,5 až 3,5. Po izolaci se získá produkt béžové barvy o teplotě tání 149,8 až 154,1 °C, obsahující v průměru $95,1 \pm 1,32$ % volné kyseliny naftyloxyoctové. Výtěžek činí $92,8 \pm 3,05$ % theorie, vztaženo na nasazený 2-naftol. Množství hydroxidu sodného se řídí koncentrací reagujících látek, tj. 2-naftolu a kyseliny monochloroctové. Při přípravě roztoku monochloroctanu a naftolátu se na 1 mol látky použije 1 mol hydroxidu sodného, další množství hydroxidu je třeba přidat na hydrolýzu nadbytku kyseliny monochloroctové, je-li nasazena v nadbytku na 2-naftol. Množství hydroxidu sodného se dává buď najednou anebo po dávkách, z nichž první představuje 90 až 95 % potřebného množství a po ztrátě alkality, k níž dochází po 2 až 5 hodinách reakce se dává zbylé množství do 100 až 110 % theoretického množství.

Hlavní výhodou postupu podle vynálezu je větší čistota získaného produktu, vysoký výtěžek a nižší ztráty kyseliny monochloroctové v důsledku potlačení její hydrolýzy kontrolovanou přípravou roztoku monochloroctanu samotného nebo ve směsi s 2-naftolátem tak, aby teplota nepřekročila 40 °C, popřípadě rychlým vyhřátím reakční směsi na teplotu 60 až 100 °C. Získaný produkt není již nutno čistit dříve popsanou extrakcí organickými rozpustidly, nebo předem izolovat sodnou sůl kyseliny 2-naftyloxyoctové.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklad 1

173 g 2-naftolu se rozmíchá v 57,7 g hydroxidu sodného a 400 g vody; 147,6 g kyseliny monochloroctové se rozpustí ve 150 g vody a přidá se roztok 62,5 g hydroxidu sodného ve 150 g vody tak, aby teplota nepřesáhla 30 °C. Teplota se udržuje rychlostí nátoky vodného hydroxidu s vnějším chlazením. Oba roztoky vneseny do reaktoru a reakční směs vyhřátá během 30 minut na 70 až 80 °C a po vypadnutí produktu, přičemž se teplota samovolně zvýší na 95 až 97 °C, se na této teplotě udržuje po dobu 10 hodin za stálého míchání. Reakční směs je zpočátku velmi hustá, později řídne. Hustá šedobílá kaše se smíchá a po 4 hodinách nabývá šedomodrou barvu, což svědčí o ztrátě alkalické reakce. V tomto okamžiku se reakční směs doalkalizuje roztokem 6,5 g hydroxidu sodného v 10 ml vody. Po ukončení reakce se reakční směs naředí jednonásobným objemem vody a vykyselí 140 g 32% kyseliny chlorovodíkové. Po ochlazení na 20 °C se směs filtruje, promyje vodou a suší při 100 až 105 °C. Získá se 236,7 ± 7,2 g produktu béžové barvy o teplotě tání 149,8 až 154,1 °C, obsahujícího průměrně 95,1 ± 32 % volné kyseliny 2-naftyloxyoctové. Výtěžek je 92,8 ± 3,05 % theorie, vztaženo na nasazený 2-naftol.

Příklad 2

Násada je stejná jako v příkladu 1. Rozdíl spočívá v tom, že se suspenze směsi 2-naftolu a kyseliny monochloroctové převede roztokem hydroxidu sodného na 2-naftolát a monochloroctan sodný tak, aby teplota nepřestoupila 30 °C. Další postup a izolace produktu jsou stejné jako v příkladu 1.

Příklad 3

Násada je stejná jako v příkladu 1, rozdíl spočívá v tom, že vodná suspenze 2-naftolu a hydroxidu sodného se vyhřeje do úplného rozpuštění 2-naftolu za vzniku hnědě zbarveného roztoku. K rozpuštění dochází při teplotě 40 až 60 °C. Takto vyhřátý roztok se dávkuje naráz k roztoku monochloroctanu sodného nebo naopak. Další postup je již shodný s příkladem 1.

Příklad 4

173 g 2-naftolu se rozmíchá v roztoku 57,7 g hydroxidu sodného ve 400 ml vody; 159 g kyseliny monochloroctové se rozpustí ve 150 g vody a přidá se roztok 72 g hydroxidu sodného ve 150 g vody tak, aby teplota nepřestoupila 30 °C. Další úpostup je shodný s příkladem 1. Získá se 238,2 ± 5,41 g produktu o teplotě tání 150,1 až 155,4 °C, obsahujícího 95,9 ± 1,41 % volné kyseliny naftyloxyoctové. Výtěžek je 94,1 ± 2,48 % theorie, vztaženo na nasazený 2-naftol.

Příklad 5

Násada a provedení jsou stejné jako v příkladu 1, s tím rozdílem, že všechny hydroxid sodný potřebný k reakci v množství 100 až 110 % theorie se přidá najednou na počátku reakce. Výtěžky a kvalita jsou v rámci směrodatné odchylky shodné s příkladem 1.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy kyseliny 2-naftyloxyoctové kondenzací roztoku 2-naftolátu a monochloroctanu sodného v molárním poměru 1 : 0,8 až 5 a následnou izolací kyseliny 2-naftyloxyoctové vykyselením minerální kyselinou, vyznačující se tím, že se kondenzací podrobí uvedený roztok 2-naftolátu a monochloroctanu sodného za přídavku hydroxidu sodného v množství o 1 až 20 % vyšším, než je množství teoreticky potřebné, přičemž se použije roztoku monochloroctanu sodného nebo jeho směsi s 2-naftolátem sodným, připraveného při teplotě 0 až 40 °C, načež se reakční směs vyhřeje během 10 až 80 minut na 60 až 100 °C a na této teplotě se udržuje po dobu 4 až 14 hodin, při hmotnostním poměru reagujících komponent k veškeré vodě 1 : 1,5 až 3,5.