



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(22) Prihlásené 21 06 78

(21) (PV 4086-78)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 16 07 84

217659

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 07 C 53/134

A 01 N 37/10

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., HUSÁR ŠTEFAN dipl. tech., BRATISLAVA

(54) Spôsob odstraňovania chlórkrezolov a čistenie taveniny po chlorácii
2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu

Vynález sa týka spôsobu odstraňovania chlórkrezolov a čistenie taveniny po chlorácii 2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu.

Vynález rieši odstraňovanie chlórkrezolov a čistenie taveniny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny po chlorácii 2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu.

Tavenina 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny sa destiluje s vodnou parou, pričom sa oddestilujú chlórkrezoly. Zo zmesi vody a taveniny sa oddelí sedimentáciou voda obsahujúca rozpustené nečistoty.

Vynález možno využiť pri čistení kyseliny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej, ktorej soli sa využívajú na výrobu herbicídov.

chloráciu za prítomnosti organických zlúčenín dusíka chráni rak. pat. 262265. Prípravu 4-chlórtokrezolu za prítomnosti chloridov železa, hliníka, titánu, cínu, zinku udáva patent

V. Brit. 926014. Tavenina po chlorácii podľa čs. pat. 99892 obsahuje asi 2,5–5 % hmot. chlorovaných krezolov a 80–88 % „sumy fenoxyoctových kyselín“. Suma fenoxyoctových kyselín obsahuje 5–15 % hmot. MPA, 55–70 % hmot. MCPA, 5–10 % hmot. 2-metyl-4,6-dichlórfenoxyoctovej kyseliny a určité množstvo nedefinovaných látok.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené podľa vynálezu, podstata ktorého je v tom, že sa na taveninu obsahujúcu 0,5 až 99 % hmotnostných 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny pôsobí vodnou parou. Voda vzniknutá kondenzáciou pary rozpustí v tavenine obsahujúce nečistoty.

Znížením obsahu chlórkrezolov v tavenine fenoxyoctových kyselín sa zvýši kvalita výrobkov vyrábaných na báze MCPA. Z chlórkrezolov sa dajú kondenzáciou chlóractanom alkalického kovu pripraviť fenoxyoctové kyseliny s obsahom MCPA 50–80 % hmot.

Príklad 1

Do 500 ml trojhrdlovej banky opatrenej teplomerom, chladičom a hrubou fritou na vhaňanie vodnej pary sa dalo 250 g vzorky taveniny s obsahom „sumy fenoxyoctových kyselín“ 82,6 hmot. a chlórkrezolov 3,8 % hmot. Po vyhriatí na 90 °C sa fritou vhaňala vodná para teploty 100 °C. Chlórkrezoly sa zachytávali v kondenzáte. Po skončení vyhánania sa ku kondenzátu pridal 20 % hmot. roztok hydroxidu sodného na úpravu hodnoty pH na 9. Potom sa ku kondenzátu pridal ekvimolárne množstvo chlóractanu sodného. Kondenzát sa zahrieval 1 hodinu pod spätným

chladičom pri teplote 98–100 °C. Obsah chlórkrezolov v kondenzáte klesol o 17 % pôvodnej hodnoty. Tavenina po odkrezolovaní mala hmotnosť 234 g, obsah chlórkrezolov 2,6 % hmot. a sumy fenoxyoctových kyselín 79,8 % hmot. Obsah MCPA v tavenine sa zvýšil o 1,8 % hmot.

Príklad 2

Do 500 ml trojhrdlovej banky opatrenej teplomerom, chladičom a hrubou fritou na vhaňanie vodnej pary sa dalo 250 g vzorky taveniny s obsahom „sumy fenoxyoctových kyselín“ 84,5 % hmot. a chlórkrezolov 2,98 hmot. Po vyhriatí na 90 °C sa fritou vhaňa prehriata vodná para teploty 105–110 °C. Chlórkrezoly vyhnané vodnou parou kondenzovali v chladiči, kde tuhli. Zvýšením teploty sa roztopili a stiekli do kondenzátu. 40 % hmot. vodným roztokom NaOH sa upravila hodnota pH na 9–10. K destilátu sa pridal 1,5 ekvimolárne množstvo chlóractanu sodného a zahrievalo sa pri teplote 98–100 °C pod spätným chladičom 2 hodiny. Obsah chlórkrezolov v kondenzáte klesol o 54 % hmot. pôvodnej hodnoty. Tavenina po odkrezolovaní mala hmotnosť 228 g, obsah chlórkrezolov 1,3 % hmot. a „sumy fenoxyoctových kyselín“ 84,6 % hmot. obsah MCPA v tavenine sa zvýšil o 3,2 % hmot.

Znížením obsahu chlórkrezolov v tavenine fenoxyoctových kyselín sa zvýši ich kvalita. Obsah chlórkrezolov je jedným z kvalitatívnych ukazovateľov herbicídnych výrobkov pripravených na báze MCPA.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob odstraňovania chlórkrezolov a čistenie taveniny po chlorácii 2-metylphenoxycetanu alkalického kovu, vyznačujúci sa tým, že sa na taveninu obsahujúcu 0,5 až 99 % hmotnostných 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej

kyseliny pôsobí vodnou parou a voda obsahujúca rozpustené nečistoty sa od taveniny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny oddeli sedimentáciou.