



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

218153

(11)

(B1)

(22) Prihlášené 16 08 78
(21) (PV 5348-78)

(40) Zverejnené 25 06 82

(45) Vydané 15 09 84

(51) Int. Cl.³
C 07 C 53/08,
C 07 C 15/06,
C 07 C 25/00

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., ŠKRDLOVÁ ZLATICA ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny

Vynález sa týka spôsobu prípravy 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny.

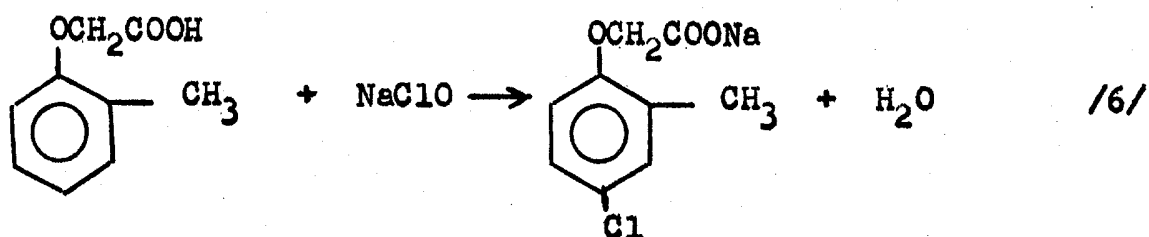
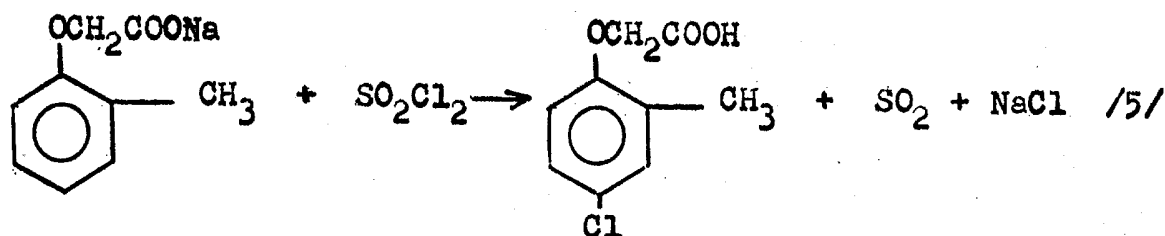
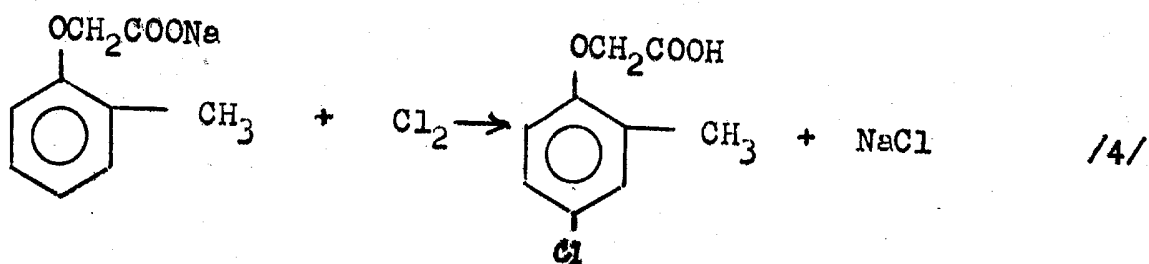
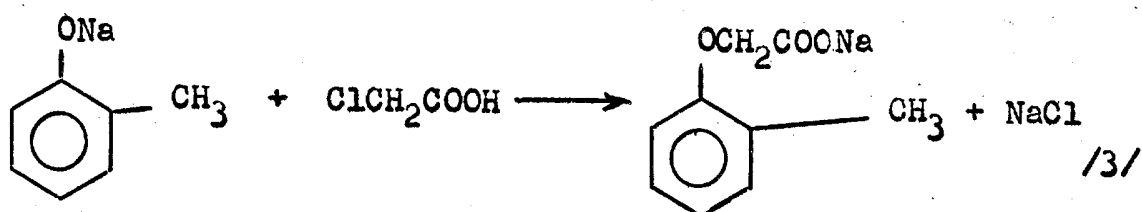
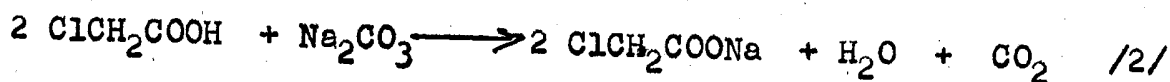
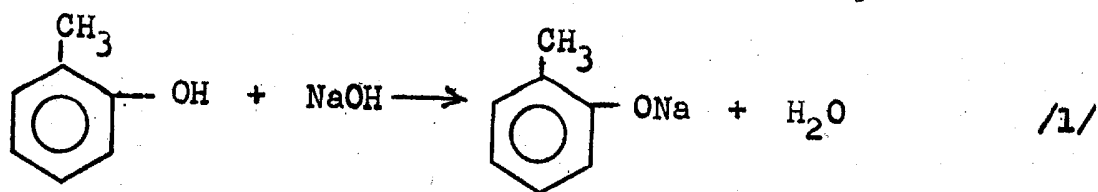
Vynález rieši výrobu 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny z 2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu alebo z 2-metylfenoxyoctovej kyseliny chloráciou chlórnom a chlórnanom sodným.

Roztokom alkalickej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, vzniknutej chloráciou vodného roztoku 2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu alebo suspenzie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny a 2-metylfenoxyoctanu alkalického kovu vodným roztokom chlórnanu sodného, sa pôsobí na emulziu alebo na suspenziu 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny v zriedenej kyseline chlórrovodíkovej, vzniknutej chloráciou alkalickej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny chlórnom. Výsledná hodnota pH je 3 až 6. 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina sa od reakčného roztoku oddelí po ochladení filtráciou.

Vynález možno využiť pri výrobe herbicídnych prípravkov na báze 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny.

Vynález sa týka spôsobu prípravy 2-metyl-4-chlórfenoxycetovej kyseliny (MCPA vyššej čistoty, ako sa dosahuje v súčasnosti tým-

to spôsobom výroby, pri najnižších nákladoch na zmenu súčasnej technológie. MCPA sa pripravuje podľa týchto reakcií:



Zavádzanie chlóru do vodného roztoku sodných, draselných alebo sodnodraselných solí 2-metylphenoxycetovej kyseliny (MPA) pri teplote 0—120 °C a hodnote pH 3—4 chráni čs. pat. 91 160. Nepretržitá chlorácia s chlórrom v kolóne je daná čs. pat. 99 892. Roztok alkalickéj soli kyseliny monochlóroctovej (MCA) a roztok krezolátu alkalického kovu sa kondenzuje v kaskáde reaktorov za vzniku alkalickéj soli MPA o hodnote pH 6—7, ktorá sa nepretržite odkrezoluje na kolóne

priamou parou a chlórjuje za vzniku MCPA, ktorá vo forme taveniny nepretržite sa neutralizuje na alkalickú soľ ako udáva čs. pat. 107 807. Chloráciu v parafíne chráni švéd. pat. 154 441, chloráciu vo vodnom roztoku NaHCO₃ udáva V. Brit. pat. 855 504. Čiastočné nachlórovanie MPA chlórrom a dochlórovanie chlórňanom sodným udáva čs. autorské osvedčenie 172 188.

Tavenina po chlorácii podľa čs. pat. 99 892 obsahuje 2,5—5 % hmot. chlórovaných kre-

zolv a 80—85 % hmot. sumy fenoxyoctových kyselín, ktorá sa skladá z 5—15 % hmot. MPA, 60—70 % hmot. MCPA, 5—10 % hmot. 2-metyl-4,6-dichlórfenoxyoctovej kyseliny a určité množstvo nedefinovaných organických látok. Vodná emulzia taveniny má pH 0—2. Emulzia taveniny tuhne pri teplote 75—85 °C.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom výroby 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny podľa vynálezu, ktorého podstatu spočíva v tom, že sa roztokom alkalického soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, ktorá vznikla chloráciou vodného roztoku 2-metylphenoxyoctanu alkalického kovu alebo vodnej suspenzie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny a 2-metylphenoxyoctanu alkalického kovu, vodným roztokom chlórnanu sodného, pôsobí na emulziu alebo suspenziu 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny v zriedenej kyseline chlórhydroxidovej, vzniknutej chloráciou alkalického soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlórrom. Výsledná hodnota pH je 3 až 6. Vzniknutá 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina sa oddelí od reakčného roztoku po ochladení filtráciou.

Nový účinok spočíva v tom, že sa jednoduchým zásahom, s malými nákladmi do súčasnej technológie zvýši obsah MCPA v sume fenoxyoctových kyselín nad 75 % hmot., obsah chlórkrezolov 1—2 % hmot. Okrem toho sa zlepši kvalita odpadných vôd znížením kyslosti vôd po oddelení taveniny fenoxyoctových kyselín. Na jednotku produkcie sa zníži množstvo odpadných vôd a množstvo solí v odpadných vodách.

Príklad 1

Sodná soľ MPA o hodnote pH 9, koncentrácie 14 % hmot. sa protiprúdne chlórjuje na náplňovej kolóne. Získa sa emulzia taveniny vo vode teploty 85—90 °C. Podiel MCPA bol 68,3 %. Druhý podiel sodnej soli MPA sa chlórval v trojhrdlej banke opatrenej miešadlom, teplomerom a deliacim lievikom na prikvapkávanie roztoku chlórnanu sodného. Po pridaní celkového množstva sa roztok 2 hodiny miešal pri teplote 35 °C. Potom sa prilieval do emulzie taveniny po chlorácii, aby výsledná hodnota pH bola 4—5 a teplota neklesla pod 80 °C.

Tavenina sa oddelila od vody a z taveniny sa oddestilovali chlórkrezoly na náplňovej kolóne vodnou parou. Získaná tavenina ma-

la obsah fenoxyoctových kyselín 87 % hmot., z ktorých bolo 74,2 % MCPA. Obsah chlórkrezolov bol 1,17 % hmot.

Príklad 2

Sodná soľ MPA o hodnote pH 9 a koncentrácie 14 % hmot. sa chlórvala protiprúdne na kolóne. Získala sa emulzia taveniny s vodou. Tavenina mala obsah fenoxyoctových kyselín 80,1 % hmot., z ktorých bolo 68,6 % MCPA. Druhý podiel suspenzie MPA v sodnej soli MPA o hodnote pH 6,5 sa chlórval v trojhrdlej banke opatrenej miešadlom, teplomerom a deliacim lievikom na dávkovanie chlórnanu sodného. Po pridaní celkového množstva chlórnanu sodného sa roztok 2,5 hodiny miešal. Potom sa prilial do emulzie taveniny po chlorácii chlórrom, aby výsledná hodnota pH bola 5 a teplota nepoklesla pod 80 °C. Tavenina sa oddelila od vody a odkrezolovala na kolóne vodnou parou. Výsledná tavenina obsahovala 87,3 % hmot. fenoxyoctových kyselín, z ktorých bolo 75,7 % MCPA, obsah chlórkrezolov bol 1,32 % hmot.

Príklad 3

Sodná soľ MPA o hodnote pH 10 a koncentrácie 16 % hmot. sa chlórvala protiprúdne na kolóne. Získala sa emulzia taveniny MCPA s vodou. Druhý podiel suspenzie MPA v sodnej soli MPA o hodnote pH 6 sa chlórval alkalickým chlórnanom v trojhrdlej banke opatrenej miešadlom, teplomerom a deliacim lievikom na dávkovanie chlórnanu sodného. Po pridaní chlórnanu sodného sa roztok 2,5 hodiny miešal. Potom sa prilial do emulzie taveniny po chlorácii chlórrom, výsledné pH malo hodnotu 5 a teplota bola 83 °C. Tavenina sa oddelila od vody a chlórkrezoly sa oddestilovali vákuovou destiláciou pri tlaku 800—1000 Pa.

Tavenina obsahovala 85,2 % hmot. fenoxyoctových kyselín, z ktorých bola 74,3 % MCPA, obsah chlórkrezolov bol 1,53 % hmot.

Podľa vynálezu sa dá vyrobiť kyselina 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová o čistote 75 až 85 % hmot., obsahu chlórkrezolov 1 až 2 % hmot. MCPA sa používa na prípravu alkalických, amónnych, amínových solí alebo esterov, ktoré majú herbicídne účinky.

Z chlórkrezolov sa po oddelení a zalkalizovaní kondenzáciou s chlórctanom sodným dajú pripraviť fenoxyoctové kyseliny.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny spočívajúci v pôsobení chlôru na vodný roztok alkalického soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny za vzniku emulzie alebo suspenzie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny v zriedenej kyseline chlôrovodíkovej hodnoty pH 0 až 5,5, pričom na druhú časť vodného roztoku alkalického soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny alebo suspenzie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny vo vodnom roztoku 2-metylphenoxyoctanu alkalického kovu sa pôsobí vodným roztokom chlórnanu sodného za vzniku alkalického soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, vyznačujúci sa

tým, že sa roztokom alkalického soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, vzniknutej chloráciou vodného roztoku 2-metylphenoxyoctanu alkalického kovu alebo vodnej suspenzie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny a 2-metylphenoxyoctanu alkalického kovu vodným roztokom chlórnanu sodného, pôsobí na emulziu alebo suspenziu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny v zriedenej kyseline chlôrovodíkovej vzniknutej chloráciou alkalického soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlôrom, pričom výsledná hodnota pH je 3 až 6 a vzniknutá 2-metylphenoxyoctová kyselina sa oddelí od reakčného roztoku.