



Patent dodatkowy
do patentu nr 100642

Zgłoszono: 10.07.78 (P. 208308)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 11.02.80

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1982

Int. Cl.² C07C 59/26

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Marian Budziar, Jan Jach

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)

Sposób otrzymywania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego (MCPA) przez chlorowanie kwasu 2-metylofenoksyoctowego stopionego w mieszaninie wieloskładnikowej.

Znany jest z polskiego opisu patentowego nr 100 642 sposób wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego polegający na chlorowaniu kwasu 2-metylofenoksyoctowego (MPA) po stopieniu w mieszaninie wieloskładnikowej, składającej się z kwasu MPA, soli mineralnych, wody i rozpuszczalnika organicznego, w temperaturze poniżej 105°C. Do sporządzania mieszaniny stosuje się techniczny, silnie zasolony i mokry kwas MPA oraz rozpuszczalnik z grupy chlorowanych węglowodorów korzystnie czterochlorometylenu użyty w stosunku 1 do 5 części wagowych na 1 część wagową kwasu MPA. Przy zawartości powyżej 3-ch części wagowych rozpuszczalnika na 1 część wagową kwasu MPA mieszanina stanowi płynną masę w temperaturze nie wyższej niż 95°C, co pozwala na łatwe chlorowanie, mieszanie oraz przesyłanie masy ogrzewanymi rurociągami. Otrzymaną mieszaninę dwóch faz ciekłych lub tylko oddzielną warstwę organiczną chloruje się następnie do pożądanego zawartości chloru w temperaturze powyżej 50°C.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że dodanie do mieszaniny, używanej do chlorowania w sposobie wytwarzania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowe-

2

go według opisu patentowego nr 100 642, wolnego kwasu MCPA, obniża granicę krzepnięcia mieszaniny o dalsze 20 do 30°C. Skład mieszaniny, zawierającej obok MPA także wolny kwas MCPA można dobrać w ten sposób, że jej temperatura krzepnięcia utrzymuje się w granicach poniżej 95°C, przy parokrotnie mniejszej ilości rozpuszczalnika organicznego w stosunku do masy nie zawierającej MCPA.

Sposób według wynalazku polega na chlorowaniu do pożądanego zawartości chloru mieszaniny dwu faz ciekłych lub oddzielonej warstwy organicznej, do której dodaje się na każdą część wagową MPA co najmniej 0,1 części wagowych kwasu MCPA oraz od 0,5 do 1 części wagowych rozpuszczalnika.

Poddawaną chlorowaniu mieszaninę otrzymuje się według patentu nr 100 642 przez chlorowanie technicznego kwasu MPA w postaci uwodnionej i zasolonej pasty, ogrzewanie do stopienia w obecności rozpuszczalnika organicznego z grupy chlorowanych węglowodorów, korzystnie czterochloroetanu, obniżającego temperaturę topnienia kwasu poniżej 105°C. Mieszanina jest rzadko-płynna, wolna od kryształów w granicach temperatur 80—95°C, dobrze absorbuje i dysperguje chlor gazowy, ulega selektywnemu monochlorowaniu do pełnego wy-czerpania wolnego MPA. Kwas MCPA, otrzymany drogą chlorowania takiej mieszaniny, ma czystość 90—95%.

Kwas MCPA wprowadza się do mieszaniny MPA w postaci pasty, względnie część schlorowanej masy z poprzedniego chlorowania pozostawia się w aparacie, a następnie wprowadza się pozostałe składniki mieszaniny MPA.

Szczególnie dogodnym sposobem otrzymywania mieszaniny MPA z MCPA jest chlorowanie wodnego, zasolonego, alkalicznego roztworu soli MPA. Powstający w czasie chlorowania chlorowodor wykwasza z masy wolne kwasy MPA i MCPA po spadku pH do 5 lub niżej. Przy takim pH mieszanina zawiera co najmniej 10 części wagowych MCPA na 100 części wagowych MPA i po uzupełnieniu jej o rozpuszczalnik może być dalej chlorowana aż do wyczerpania wolnego MPA.

Zaletami sposobu według wynalazku są: lepsze wykorzystanie zdolności aparatury produkcyjnej oraz oszczędność energii i robocizny. Wynika to z faktu 2—3 krotnego zmniejszenia ilości używanego rozpuszczalnika organicznego wymagającego następnie regeneracji. Sposób pozwala również na oszczędność kwasu solnego potrzebnego do wytwarzania soli MPA przed chlorowaniem. Wydajność procesu chlorowania oraz jakość otrzymywanego MCPA są wysokie i zgodne z wydajnością i jakością MCPA otrzymywanego według patentu nr 100 642.

Przykład I. W aparacie wyposażonym w mieszadło i płaszcz grzejny umieszcza się 250 części wagowych mokrej, zasolonej pasty zawierającej 40% kwasu MPA, 100 części wagowych chlorobenzenu i 40 części wagowych 50% pasty kwasu MCPA. Po ogrzaniu mieszaniny do stopienia w temperaturze 90°C, mieszając, wprowadza się chlor gazowy przez bełkotkę, aż do zawartości poniżej 5% MPA w sumie kwasów 2-metylochlorofenoksyoctowych. Następnie przerywa się mieszanie i po rozdzieleniu warstw, dolną — organiczną fazę spuszcza się do destylatora, gdzie oddestylowuje się z parą wodną cały chlorobenzen. Po odpędzeniu rozpuszczalnika, stopiony kwas MCPA w temperaturze około 95°C spuszcza się do beczek, pozostawiając w chloratorze warstwę wodną. Otrzy-

muje się 160 części wagowych wilgotnego technicznego kwasu MCPA o zawartości 115 części wagowych suchego technicznego kwasu MCPA, co stanowi 95% wydajności. Otrzymany produkt techniczny zawiera 93% czystego kwasu MCPA.

Przykład II. 100 części wagowych masy pokondensacyjnej, zawierającej 25% soli sodowej MPA, chlorek sodu oraz kwas glikolowy, o pH około 10, chloruje się wstępnie w temperaturze 85—90°C gazowym chlorem. Kiedy pH masy spadnie do około 4 oraz zaczyna wydzielać się mieszanina kwasów MPA i MCPA, przerywa się chlorowanie i dodaje 18 części wagowych czterochloroetanu oraz kwas solny do uzyskania pH mieszaniny około 2. Po wymieszaniu całości i oddzieleniu się fazy organicznej od górnej warstwy solankowej, wilgotną fazę organiczną spuszcza się do drugiego aparatu i przy tej samej temperaturze 85—90°C chloruje aż do wyczerpania się wolnego MPA. Masę pochloracyjną destyluje się z parą wodną, w celu usunięcia rozpuszczalnika organicznego. Po oddzieleniu fazy wodnej i wysuszeniu oddzielonego produktu, otrzymuje się 24,5 części wagowych technicznego kwasu MCPA o czystości 92%, co stanowi 94,5% wydajności.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego (MCPA) polegający na chlorowaniu technicznego kwasu 2-metylofenoksyoctowego (MPA) w postaci uwodnionej i zasolonej pasty, ogrzewaniu do stopienia w obecności rozpuszczalnika organicznego z grupy chlorowanych węglowodorów, korzystnie czterochloroetanu, obniżającego temperaturę topnienia kwasu poniżej 105°C a następnie chlorowaniu otrzymanej mieszaniny dwóch faz ciekłych lub oddzielonej warstwy organicznej do pożądanej zawartości chloru, w temperaturze powyżej 50°C według patentu nr 100 642, **znamienny tym**, że do mieszaniny dodaje się na każdą 1 część wagową MPA co najmniej 0,1 części wagowych kwasu MCPA oraz od 0,5 do 1 części wagowych rozpuszczalnika.