



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

242170

{11}

{B1}

[22] Prihlášené 30 07 84
[21] {PV 5837-84}

[40] Zverejnené 22 08 85

[45] Vydané 15 09 87

{51} Int. Cl.⁴
C 07 C 59/70
//A 01 N 39/04

{75}

Autor vynálezu

DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK; HAUSKRECHT PETER ing.;
MARCHALÍN MIROSLAV ing. CSc., BRATISLAVA; CIPOVÁ MARTA ing.,
SOBRANCE; BOCÁN FRANTIŠEK ing.; KOLLÁR ALOJZ;
VÁVRA BLAŽEJ, BRATISLAVA

{54} Spôsob prípravy 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej kyseliny

1

2

Spôsob rieši prípravu 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej kyseliny chloráciou 2-metylphenoxycetovej kyseliny a/alebo jej sodnej soli a dochlórovaním reakčnej zmesi s chlórnanom sodným. 2-metyl-4-chlórphenoxycetová kyselina sa získa z reakčnej zmesi vyzrážaním v prebytku minerálnej kyseliny. Mólový pomer chlóru ku 2-metylphenoxycetovej kyseline a/alebo jej sodnej soli je 0,01 až 0,59 : 1 a chlór sa používa vo forme odplynu z rozkladu alkalických chlórnanov.

Spôsob je možno použiť pri výrobe herbicídnych prípravkov.

Vynález sa týka chlorácie 2-metylfenoxyoctovej kyseliny s chlórrom a dochlórovania s chlórňanom sodným.

Chloráciu sodnej soli 2-metylfenoxyoctovej kyseliny chlórrom, pričom mólový pomer 2-metylfenoxyoctovej kyseliny ku chlóru je 1 : 0,6 až 1,25, na získanú zmes sa pôsobí NaOH a roztok sa zbaví nezreagovanej sodnej soli 2-metylfenoxyoctovej kyseliny a farebných nečistôt dochlórovaním s vodným roztokom NaClO pri teplote 10 až 50 °C popisuje čs. AO 172 188. Nedostatkou postupu je, že sa nepoužíva odpadový chlór pri chlorácii a po chlorácii s chlórrom sa musí priviesť reakčná zmes do alkalického oblasti s NaOH a dochlórovanie s NaClO sa výhodnejšie robí v prítomnosti minerálnej kyseliny. Chloráciu 2-metylfenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri hodnote pH 4 až 6 popisuje FR pat. č. 1 116 266. Chloráciu vodným roztokom NaClO pripraveného vopred alebo „in situ“ v reakčnej zmesi pri teplote 50 °C opisuje GB pat. č. 722 625. Chloráciu suspendovanej 2-metylfenoxyoctovej kyseliny pri hodnote pH 1 v heterogénnej fáze za prítomnosti kyseliny chlorovodíkovej s chlórňanom sodným pri teplote 20 °C popisuje DAS č. 1 027 687. Spôsob založený na pôsobení hydroxidu sodného alebo uhlíčitanu sodného na vodný roztok sodnej soli 2-metylfenoxyoctovej kyseliny a chloráciu chlórrom opisuje US pat. č. 2 770 651. Chlorácia sodnej soli v prítomnosti hydrogenuhličitanu sodného je popísaná v GB pat. č. 855 504. Výrobu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou vodným roztokom chlórňanu sodného sodnej soli 2-metylfenoxyoctanu sodného v prítomnosti minerálnej alebo karboxylovej kyseliny, pričom sa reakčná zmes vnesie do prebytku vodného roztoku minerálnej kyseliny a vyzrážaná 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa od matečných kyselín oddelí filtráciou a následne vysuší pri teplote 105 °C opisuje CS AO č. 179 200.

Uvedené nedostatky sú zmiernené postupom podľa vynálezu, podstata ktorého spočíva v tom, že sa 2-metylfenoxyoctová kyselina a/jej sodná soľ chlórjuje chlórrom, pričom mólový pomer chlóru ku 2-metylfenoxyoctovej kyseline a/alebo jej sodnej soli je 0,01 až 0,59 : 1 a získaná reakčná zmes sa dochlórjuje vodným roztokom chlórňanu sodného a 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa získava vnesením reakčnej zmesi do prebytku minerálnej kyseliny. Z reakčnej zmesi uniká chlór, vzniklý reakciou prebytočného chlórňanu sodného vo forme odpľynu. Zo suspenzie sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina oddelí filtráciou. Dochlórovanie reakčnej zmesi s chlórňanom sodným prebieha v prostredí minerálnej a/alebo organickej kyseliny. Na chloráciu s chlórrom sa používa chlór vo forme odpľynu z rozkladu alkalických chlórňanov. Tento rozklad prebieha samovoľne, napr. v zásobníkoch, prípadne prebytočný chlórňan sodný sa rozloží vnesením

reakčnej zmesi po dochlórovaní s NaClO do prebytku minerálnej kyseliny.

Výhodou podľa vynálezu je, že sa použije odpľyn chlóru, ktorý doteraz unikal do ovzdušia a nevyužíval sa. Oproti čs. AO č. 179 200 sa zníži spotreba NaClO, ako i minerálnej kyseliny. Vzhľadom k tomu, že sa chlór nebude odvádzať do ovzdušia, zabráni sa tvorbe exhalátov z výroby. Súčasne sa znížením spotreby minerálnych kyselín zníži množstvo minerálnych solí v odpadových vodách. Časť minerálnych kyselín sa nahradí 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovou kyselinou, vzniklou pri chlorácii s chlórrom. Oproti čs. AO 172 188 je spôsob podľa vynálezu výhodnejší z toho dôvodu, že pri mólovom pomere chlóru ku kyseline 2-metylfenoxyoctovej a/alebo jej sodnej soli, nie je nutná úprava hodnoty pH pridaním alkalického hydroxidu ku reakčnej zmesi pred dochlórovaním s NaClO. Prevedenie vynálezu je nenáročné a jednoduché. Spočíva v napojení zásobníkov s NaClO a odpľynu zo zrážania 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny prebytkom minerálnej kyseliny na absorpčnú kolónu, v ktorej bude cirkulovať 2-metylfenoxyoctová kyselina a/alebo jej sodná soľ. Okrem odpľynu z rozkladu NaClO je možné použiť odpadový chlór z iných procesov, napr. so skvapalňovaním chlóru, prípadne odpadový chlór po chlorácii organických látok po jeho vyčistení a od nečistôt, predovšetkým od chlorovodíka.

Pr í k l a d 1

Do 950 g vodného roztoku obsahujúceho 13,3 % hmot. 2-metylfenoxyoctanu sodného sa vháňal plyn, obsahujúci 3,4 % obj. chlór. Po 1 hodine sa vháňanie odstavilo a analýzou sa zistilo, že reakčná zmes obsahovala 3,1 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a 0,8 % hmot. iných chlórderivátov 2-metylfenoxyoctovej kyseliny. K reakčnej zmesi sa pridalo potom 525 g vodného roztoku 12,5 % hmot. NaClO a 112 g 35,6 % hmot. kyseliny sírovej. Zmes sa miešala 2 hodiny. Potom sa vliala do 600 g 8,1 % hmot. H₂SO₄ a vyzrážaná 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa odfiltrovala, premyla vodou a vysušila. Získalo sa 137,2 g produktu s obsahom 87,2 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, 5,8 % hmot. 2-metyl-6-chlórphenoxyoctovej kyseliny, 2,2 % hmot. 2-metylfenoxyoctovej kyseliny, 1,2 % hmot. 2-metyl-4,6-dichlórphenoxyoctovej kyseliny.

Pr í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že na chloráciu chlórrom sa použilo 940 g vodného roztoku s obsahom 12,4 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctanu sodného a 0,9 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Hodnota pH po chlorácii chlórrom bola 6,1. Získaná 2-metyl-4-

-chlórphenoxyoctová kyselina obsahovala 88,6 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa plyn s obsahom chlóru 0,3 % obj. vháňal do roztoku 2 minúty. Po chlorácii s chlórrom bol obsah 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny 0,13 % hmot. a na chlorácii s chlórňanom sa použilo 600 g 12,4 % hmot. NaClO. Získaný produkt obsahoval 90,4 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Príklad 4

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že odplyn chlóru vznikol pri roz-

klade prebytočného NaClO minerálnou kyselinou z predchádzajúceho pokusu. Po chlorácii chlórrom sa k zmesi pridalo 570 g 12,1 % hmot. NaClO. Získaný produkt obsahoval 89,2 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Príklad 5

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa na chloráciu použila 2-metylphenoxyoctová kyselina a teplota roztoku bola 80 °C. Získaný produkt po ochladení na 20 °C sa odfiltroval a obsahoval 85,9 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Vynález je možné použiť pri výrobe 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob prípravy 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou 2-metylphenoxyoctovej kyseliny a/alebo jej sodnej soli chlórrom a dochlórovaním s chlórňanom sodným, s výhodou v prostredí minerálnej kyseliny alebo organickej kyseliny s následným vyžraňaním 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej ky-

seliny vnesením reakčnej zmesi do prebytku minerálnej kyseliny, vyznačujúci sa tým, že mólový pomer chlóru ku 2-metylphenoxyoctovej kyseline a/alebo jej sodnej soli je 0,01 až 0,59 : 1 a chlór sa používa vo forme odplynu z rozkladu alkalických chlórňanov.