



Patent dodatkowy
do patentu: 49 289

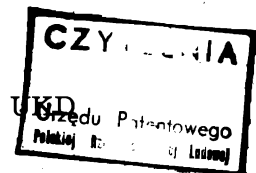
Zgłoszono: 15. IX. 1966 (P 116 470)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 27. VIII. 1968

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c 59/26



Współtwórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Aleksander Chomicz,
Wiesław Saj, Eugeniusz Stachowiak

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania środków chwastobójczych opartych na solach kwasów metylochlorofenoksyoctowych w postaci stałej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka chwastobójczego przez stapianie i wygrzewanie technicznego kwasu MCPA (2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego) ze środkami neutralizującymi i zestalenie otrzymanego, bezwodnego stopu w fazie ciekłej lub półstałej do formy granuliek.

Według patentu nr 49289 środki chwastobójcze otrzymuje się przez reakcję równomolowych ilości stałych, bezwodnych wodorotlenków sodu lub potasu ze stopionymi technicznymi kwasami metylochlorofenoksyoctowymi. Proces prowadzi się w dwu etapach: w pierwszym etapie ogrzewa się reagenty do temperatury 100–110°C w czasie 0,5–2,0 godzin, a w drugim etapie w takim samym czasie ogrzewa do temperatury powyżej 140°C. Następnie w celu stabilizacji otrzymanej soli dodaje się kwaśnego lub obojętnego węgla sodu lub potasu, w ilości 1–5% wagowych w stosunku do użytego kwasu, a następnie otrzymany stop soli zestala się przez wychłodzenie.

W pierwszym etapie procesu można wprowadzić do reakcji z kwasem niecałą ilość wodorotlenku lecz jego część, wówczas resztę wodorotlenku wprowadza się w drugim etapie procesu.

Postępując wyżej podanym sposobem w procesie neutralizacji stopionego technicznego kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowego zawierającego z reguły domieszki substancji kwaśnych jak kwas solny, kwas glikolowy a zwłaszcza chlorokrezole,

2

występują niepożądane zjawiska rozkładu i zesmałania się produktu oraz pienienia się masy reagującej grożące wyrzuceniem jej z reaktora. Zjawiska te są następstwem lokalnego przealkalizowania masy reagującej w czasie rozpuszczania się stałego wodorotlenku metalu alkalicznego lub całej masy na skutek destylacji części chlorokrezolu w czasie wygrzewania. Niekorzystnie wpływa również wydłużanie czasu neutralizacji i wygrzewania. Obecność w końcowym produkcie substancji rozkładowych, wolnego wodorotlenku metalu alkalicznego albo niezobojętnionych produktów kwaśnych pogarsza znacznie jakość produktu, utrudnia granulację, rozpuszczalność w wodzie, dobór tworzyw na opakowania.

Stwierdzono, że niepożądane zjawiska rozkładu oraz pienienia się masy reagującej w procesie neutralizacji można ograniczyć stosując do neutralizacji stałe węglany sodu lub potasu. Węglały dzięki sypkiej postaci można łatwo dozować oraz szybko i dokładnie wymieszać z masą reagującą uzyskując pożądaną wielkość pH mieszaniny reagującej.

Skrócenie czasu operacji wygrzewania zneutralizowanego produktu oraz ograniczenie zjawiska rozkładu i pienienia uzyskuje się również przez zastosowanie równocześnie niewielkiego podciśnienia w reaktorze co umożliwia prowadzenie procesu w nieco niższej temperaturze aniżeli przy ogrzewaniu pod normalnym ciśnieniem Stoso-

wanie podciśnienia jest korzystne dla procesu niezależnie od rodzaju użytego środka neutralizującego. Zastosowanie w sposób według wynalazku stałych węglanów, jak też stosowanie podciśnienia ułatwia dokładne ustalenie wymaganego pH mieszaniny reagującej, skraca czas neutralizacji, eliminuje rozkład i pienienie się masy reagującej.

Otrzymany w ten sposób produkt odznacza się nieznaczną higroskopijnością i doskonale rozpuszcza się w wodzie co ma zasadnicze znaczenie przy jego użytkowaniu w rolnictwie. Produkt nadaje się szczególnie do formowania go w granulki metodą wylewania w odpowiednie formy, albo wyciskania czy prasowania w fazie półstałej ponieważ po zastygnięciu tworzy gładkie, połyskujące powierzchnie nieprzyczepne do metalu.

Przykład. Do reaktora żeliwnego wyposażonego w chłodnicę destylacyjną mieszadło i płaszcz grzejny załadowuje się 22,2 kg 90%-owego technicznego kwasu MCPA. Następnie uruchamia się mieszadło, włącza ogrzewanie i po osiągnięciu temperatury kwasu 90° dozuję przez właz porcjami w ciągu 0,5 godziny 6 kg bezwodnego węglanu sodowego, aż do momentu kiedy po wprowadzeniu kolejnej porcji węglanu nie zaprzestanie wydzielać się gazowy dwutlenek węgla. Po neutralizacji podnosi się stopniowo temperaturę masy w reaktorze do 150°C po czym w celu standaryzacji dodaje dalsze 0,5 kg węglanu sodowego i całość miesza

jeszcze w ciągu jednej godziny w tej samej temperaturze. W dalszym ciągu stop produktu wylewa powoli na granulator zaopatrzony w półokrągłe wgłębienia pojemności około 0,5 ml. Granulki po zakrzepnięciu nieco się kurczą i łatwo odpryskują od formy. Otrzymuje się 24 kg 90%-owego preparatu w przeliczeniu na sól sodową MCPA.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania środków chwastobójczych opartych na solach kwasów metylochlorofenoksyoctowych w postaci stałej na drodze ogrzewania stopionego, technicznego kwasu 2-metylo-4-chloro-fenoksyoctowego ze stałym środkiem neutralizującym w ilości stechiometrycznej w dwóch etapach najpierw w temperaturze do 110° w ciągu 0,5—2 godzin a następnie w temperaturze powyżej 140° w ciągu 0,5—2 godzin według patentu nr 49289, **znamienny tym**, że jako środek neutralizujący stosuje się węglan sodu lub potasu, po czym otrzymany w postaci stopu produkt poddaje się granulacji przez zalewanie do form w fazie ciekłej lub wyciskanie w fazie półstałej.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w drugim etapie proces wygrzewania prowadzi się przy równoczesnym zastosowaniu w reaktorze podciśnienia.