



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

217660
(11) (B1)

(22) Prihlásené 18 07 78
(21) (PV 4782-78)

(40) Zverejnené 28 05 82

(45) Vydané 16 07 84

(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 z amónnych alebo amínových solí
kyseliny 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej

Vynález rieši znižovanie chlórkrezolov v amónnych alebo amínových soliach 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

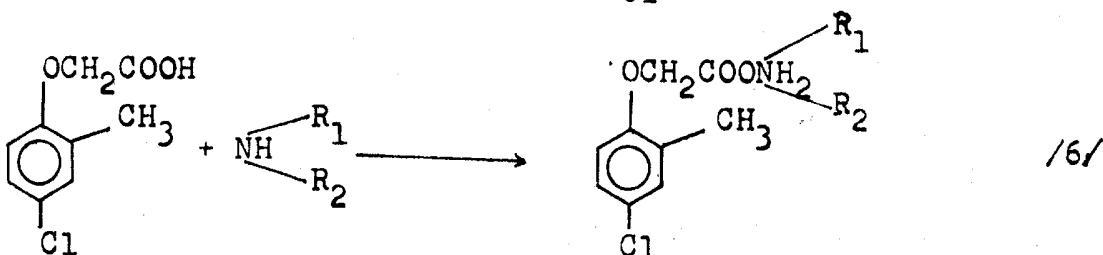
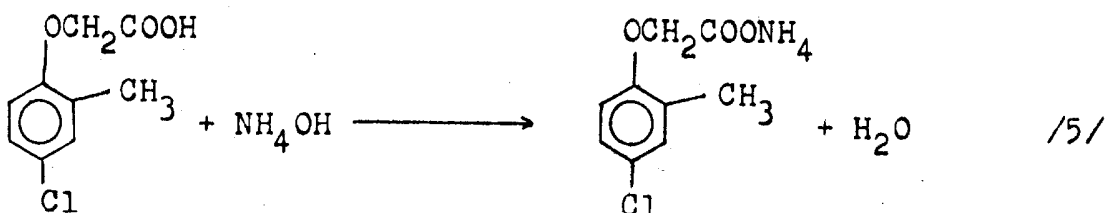
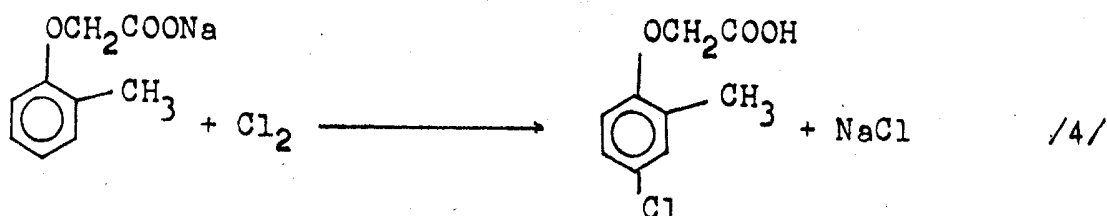
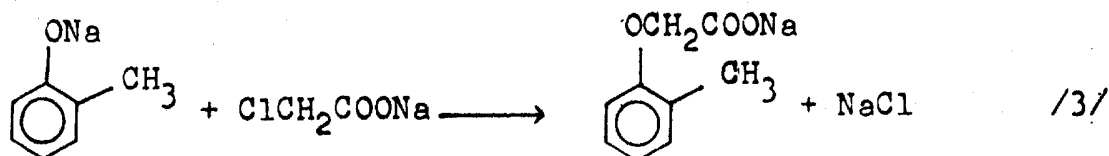
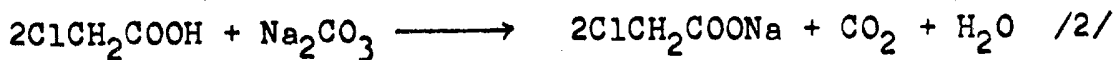
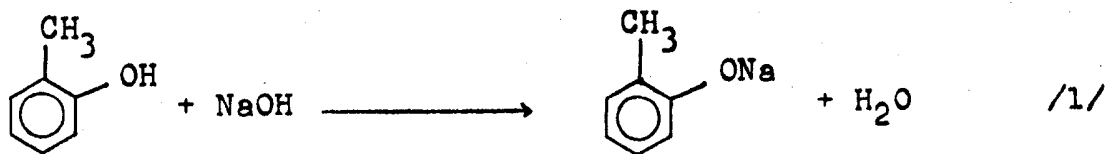
Chlórkrezoly sa odstraňujú z amónnych alebo amínových solí 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny vodnou parou.

V destiláte obsiahnuté chlórkrezoly sa pôsobením alkalického hydroxidu prevedú na alkalické chlórkrezoláty, ktoré kondenzáciou s chlórctanom alkalického kovu vytvoria chlórsubstituované phenoxyoctové kyseliny.

Vynález možno využiť pri znižovaní derivátov fenolu z herbicídov 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Vynález sa týka spôsobu odstraňovania chlórkrezolov z amónnych alebo aminových solí kyseliny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej (MCPA).

Amónne a aminové soli sa pripravujú podľa týchto reakcií:



kde R_1 je vodík, alebo alkyl s 1 až 10 atómami uhlíka a R_2 je alkyl s 1 až 10 atómami uhlíka, alebo aryl s 6 až 10 atómami uhlíka.

Zavádzanie chlóru do vodného roztoku sodných, draselných, alebo sodnodraselných solí 2-metyl-fenoxyoctovej kyseliny (MPA) pri teplote 0–120 °C a hodnote pH 3–4 chráni čs. pat. 91160. Nepretržitá chlorácia chlórrom je daná čs. pat. 99892. Roztok alkalickéj soli MPA a roztok krezolátu alkalického kovu sa kondenzuje v kaskáde reaktorov za vzniku alkalickéj soli o hodnote pH 6–7, ktorá sa nepretržite odkrezoluje na kolóne priamou parou a chlórjuje za vzniku MCPA, ktorá vo forme taveniny sa nepretržite neutralizuje na al-

kalickú soľ ako udáva čs. pat. 107807, chloráciou MPA v parafíne udáva švéd. pat. 154441, chloráciu vo vodnom roztoku hydrogenuhličitanu sodného chráni V. Británia pat. 855504. Druhý spôsob výroby MCPA spočíva v tom, že sa najprv chlórjuje ortokrezol s chlórrom, sulfurylchloridom, alebo alkalickým chlórnanom. Chloráciu so sulfurylchloridom v chlоровaných uhľovodíkoch s výhodou trichlóretylénu udáva rak. pat. 260910, chloráciu za prítomnosti organických zlúčenín dusíka chráni rak. pat. 262265. Prípravu 4-chlórtokrezolu za prítomnosti bezvodých chloridov hlinitého, železitého, ciničitého, zinočnatého z ortokrezolu udáva pat. V. Brit. 926014.

Tavenina po chlorácii podľa čs. pat. 99892 obsahuje asi 2,5–5 % hmotnostných chlorovaných krezolov, 80–88 % hmotnostných fenoxykyselín, ktoré obsahujú 5–15 % hmotnostných MCPA, 55–70 % hmotnostných MCPA, 5–10 % hmotnostných 2-metyl-4,6-dichlórfenoxyoctovej kyseliny, 7–15 % hmotnostných 2-metyl-6-chlórfenoxyoctovej kyseliny a určité množstvo nedefinovaných organických látok. Po neutralizácii taveniny s vodným roztokom amoniaku obsahuje roztok 50–60 % hmotnostných amónnych solí fenoxykyselín, obsah amónnych solí chlórkrezolov 1,5–3,5 % hmotnostných voľného čpavku 0,3–1 % hmotnostných a pH o hodnote 10–12. Po neutralizácii taveniny s vodným roztokom dimetylamínu obsahuje roztok 45–55 % hmotnostných dimetylamínových solí fenoxykyselín, 1,3–3,5 % hmotnostných dimetylamínových solí chlórkrezolov, voľného dimetylamínu 0,1–1 % hmot.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom odstraňovania chlórkrezolov z amónnych alebo amínových solí kyseliny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej, podstata ktorého spočíva v tom, že sa na amónne, alebo aminové soli MCPA pôsobí vodnou parou. V destiláte obsiahnuté chlórkrezoly sa pôsobením hydroxidu alkalického kovu prevedú na alkalické chlórkrezoláty, ktoré kondenzáciou s chlóractanom alkalického kovu vytvoria chlórsubstituované 2-metylphenoxyoctové kyseliny. Obsah MCPA v chlórsubstituovaných derivátoch MCPA je 30 až 80 % hmot.

Znížením obsahu chlórkrezolov v amónnych a amínových soliach fenoxyoctových kyselín sa zvýši kvalita týchto výrobkov. Z chlórkrezolov, ktoré nemajú herbicídny účinok sa dajú pripraviť vyššie uvedeným postupom fenoxyoctové kyseliny, ktoré majú herbicídny účinok.

Príklad 1

Do 500 ml trojhrdlovej banky opatrenej teplomerom, fritou na vháňanie vodnej pary

a chladičom sa dalo 250 g 52,3 % roztoku amónnych solí fenoxyoctových kyselín, z ktorých bolo 63,7 % amónnej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny. Obsah chlórkrezolov bol 3,22 %, koncentrácia voľného čpavku 0,42 %. Chlórkrezoly vo forme amónnych solí sa oddestilovali vodnou parou po dobu 1 hodiny. Po skončení oddestilovania vodnou parou bola koncentrácia amónnych solí fenoxyoctových kyselín 51,8 % a obsah chlórkrezolov 1,94 %, obsah voľného amoniaku 0 %. Z destilátu sa po zalkalizovaní hydroxidu sodného na hodnotu pH 10 vyhnal zahriatím na teplotu 60 °C amoniak. Vzniknutý alkalický chlórkrezolát sa kondenzáciou s chlóractanom sodným previedol na fenoxyoctové kyseliny, ktoré obsahovali 64,3 % hmotnostných MCPA.

Príklad 2

Do 500 ml trojhrdlovej banky opatrenej chladičom, teplomerom, fritou na vháňanie vodnej pary sa dalo 250 g 43,2 % dimetylamínovej soli fenoxyoctových kyselín, z ktorých bol obsah dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny 71,3 %. Obsah chlórkrezolov bol 2,36 %, obsah voľného dimetylamínu 0,62 %. Po 1,5 hodinovom oddestilovaní chlórkrezolov bola koncentrácia dimetylamínovej soli fenoxyoctových kyselín 41,8 %, obsah chlórkrezolov 0,62 %. V destiláte sa pridaním hydroxidu sodného upravila hodnota pH na 10. Dimetylamín sa vyhnal zahriatím na 70 °C. Alkalický chlórkrezolát kondenzáciou s chlóractanom sodným sa previedol na fenoxyoctové kyseliny, ktoré obsahovali 57,6 % MCPA.

Znížením obsahu chlórkrezolov v amónnych a amínových soliach MCPA sa zvýši ich kvalita, pretože obsah chlórkrezolov je jeden z kvalitatívnych ukazovateľov. Najlepšie sa dá nepretržite prevádzať na koléne vodnou parou.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob odstraňovania chlórkrezolov z amónnych alebo amínových solí kyseliny 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej, vyznačujúci sa tým, že sa na amónne alebo aminové soli 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny pôsobí vodnou parou, chlórkrezoly obsiahnuté v destiláte sa pôsobením hydroxidu alkalického ko-

vu prevedú na alkalické chlórkrezoláty, na ktoré sa pôsobí alkalickým chlóractanom za vzniku chlórsubstituovanej 2-metylphenoxyoctovej kyseliny s obsahom 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny 30 až 80 % hmotnostných.