

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49404

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.VII.1962 (P 99 266)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25.V.1965

Kl. 12o, 12

MKP C 07c

UKD

63/52
BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Rzeczypospolitej Polskiej

Współtwórcy wynalazku: Henryk Dulski, Wiesław Moszczyński, Zbigniew Czerwiński

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego w postaci mało higroskopijnych tabletek

1

Znane jest stosowanie, głównie w sadownictwie, pochodnych kwasu 1-naftylooctowego jako preparatów hormonalnych, powodujących przerzedzanie zawiązków drzew owocowych, przeciwdziałanie opadaniu owoców przed dojrzewaniem, ukorzenie sadzonek itp.

Specjalnie korzystnym okazuje się stosowanie w tym celu soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego. Ujemną stroną utrudniającą zastosowanie tej soli jest jej higroskopijność. Dlatego stosowana jest ona w roztworze albo w postaci zmieszanego z nośnikami mineralnymi proszku, który wymaga przechowywania w hermetycznym zamknięciu. Dozowanie zarówno proszku, jak i roztworu w warunkach sadownictwa, szczególnie polowego jest utrudnione.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymanie soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego w postaci tabletek mało higroskopijnych i łatwych do dozowania w sadownictwie.

Polega on na otrzymaniu w postaci proszku w specjalnych ugniatarkach mieszaniny, składającej się z bezwodnej soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego, z węglanu sodowego uwodnionego i bezwodnego, z obojętnego wypełniacza i ze składników wiążących przy tabletkowaniu.

Według wynalazku należy do stężonego 50—75% wodnego roztworu wodorotlenku potasowego dodawać w mieszarce porcjami stały kwas 1-naftylooctowy w ilości stechiometrycznej, utrzymując

2

temperaturę najkorzystniej w granicach 40—60°C. Proces prowadzi się do całkowitego rozpuszczenia się kwasu.

Po zakończeniu procesu rozpuszczania wartość pH roztworu (zawierającego około 80% soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego) doprowadza się do 9, celem stabilizacji tej soli. Otrzymany roztwór filtruje się, przenosi do ogrzewanej mieszarki-ugniatarki typu zetowego, stosowanego w przemyśle tworzyw sztucznych do mieszania składników plastycznych, mieszając i utrzymując temperaturę w granicach 30—80°C, dodaje się 60—90% wagowych bezwodnego węglanu sodowego. Następuje wtedy związanie pozostałej ilości wody w postaci wody krystalizacyjnej.

Otrzymana masa zawiera powyżej 40% soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego. Masę tę pozostawia się w spokoju na okres około 5—10 godzin w temperaturze 30—50°C, celem utworzenia kryształów uwodnionego węglanu sodowego przy czym następuje jej skawalenie. Skawalone bryły miele się w młynie z ponownym dodatkiem około 20% bezwodnego węglanu sodowego, który znacznie zmniejsza higroskopijność otrzymanego produktu. Poza sodą dodaje się znane środki wiążące, np. stearyniany i skrobię oraz dowolny nośnik, np. talk, aby doprowadzić do określonej zawartości soli kwasu 1-naftylooctowego, np. do wartości 25%.

Przykład: Do ogrzewanego aparatu z mieszadłem wlewa się 5,8 kg wody, w której rozpusz-

cza się 16,0 kg wodorotlenku potasowego. Do roztworu wodorotlenku potasowego o temperaturze 56° C dodaje się porcjami w czasie około 1 godziny 44,2 kg kwasu 1-naftylooctowego. Zawartość aparatu miesza się do całkowitego rozpuszczenia kwasu 1-naftylooctowego. Po zakończeniu procesu rozpuszczania wartość pH roztworu doprowadza się do 9, dodając stężonego roztworu wodorotlenku potasowego. Zanieczyszczenia mechaniczne usuwa się z roztworu przez filtrowanie. Otrzymuje się 66,0 kg wodnego roztworu o zawartości 80% wagowych soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego. Do roztworu przeniesionego do ogrzewanej ugniataрки dozuje się w temperaturze 40°C 56,0 kg bezwodnego węglanu sodowego, mieszając w przeciągu około 1 godziny. Przygotowany w ten sposób koncentrat o zawartości około 43% wagowych soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego wyklada się do blaszanek i wstawia na 10 godzin do suszarni komorowej, w której utrzymuje się temperaturę 40°C, po czym zestaloną masę rozbija się, miele i miesza w temperaturze pokojowej w czasie 4 godzin w gniotowniku kołotokowym z dodatkiem 24,0 kg bezwodnego węglanu sodowego, 40,0 kg talku, 6,8 kg stearynianu cynku lub magnezu i 10,0 kg skrobi rozpuszczalnej,

doprowadzając preparat do zawartości 25% soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego.

Granulat po przesianiu pastylkuje się w tabletki o ciężarze 1,0 g i zawartości 0,25 g soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego w postaci małoohygroskopijnych tabletek, **znamienny tym**, że do stężonego wodnego roztworu wodorotlenku potasowego, korzystnie 50—70%-owego, dodaje się w temperaturze 40—60°C mieszając stechiometryczną ilość kwasu 1-naftylooctowego, a otrzymany około 80%-owy roztwór soli potasowej kwasu 1-naftylooctowego doprowadza się za pomocą stężonego wodnego roztworu wodorotlenku sodowego do wartości pH = 9, a następnie miesza się z 60—90%-ami wagowymi bezwodnego węglanu sodowego w temperaturze 30—80°C, po czym suszy otrzymaną masę w temperaturze 30—50°C w ciągu 5—10 godzin, a następnie miele z ponownym dodatkiem bezwodnego węglanu sodowego w ilości około 20% wagowych oraz środków wiążących i obojętnego nośnika i tabletkuje.