

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

**255380**

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 07 C 53/134  
A 01 N 39/04

(22) Prihlášené 23 05 86

(21) (PV 3798-86.K)

(40) Zverejnené 11 06 87

(45) Vydané 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

POŮR RÓBERT ing. CSc., VAVRINEC FERDINAND dipl. tech.,  
MACZEK JÁN, BRATISLAVA, MRAVEC JÁN, IVANKA pri Dunaji

(54) **Spôsob výroby soli s alkalickým kovom alebo kovom alkalických zemín  
2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny**

1

2

Riešenie sa týka chemickej technológie. Rieši výrobu solí 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, pričom sa neutralizácia uskutočňuje pri teplote 85 až 100 °C v tavenine použitím neutralizačného činidla, ktorým môže byť hydroxid, uhličitan, kyslíčník alkalického kovu alebo kovu alkalických zemín, ďalej sa tavenina po neutralizácii ochladí a upravuje do finálnej formy: drť, prášok, granulka, peletka, pilulka.

Vynález sa týka výroby soli s alkalickým kovom alebo kovom alkalických zemín 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizáciou taveniny 2-etylphenoxyoctovej kyseliny, pričom sa po ochladení získava produkt v tuhom stave.

Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová a jej soli sa používajú ako veľmi účinné herbicidy. Najčastejšie sa pripravuje chloráciou 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri teplote 95 až 105 °C, ako je opísané v čs. patente 91 160. Kontinuálny spôsob chlorácie sodnej, draselnej alebo sodnodraselnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny vo vodnom roztoku je opísaný v čs. patente 99 892, kontinuálny spôsob chlorácie voľne 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom opisuje čs. patent 107 807. Možnosť kombinácie chlorácie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom s následným dochlórovaním chórňanom uvádza čs. AO 172 188. Chloráciu 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri hodnote pH 4 až 6 opisuje francúzsky patent 1 116 356. Chloráciu vodným roztokom chlórňanu sodného pripraveného vopred alebo „in situ“ v reakčnej zmesi pri teplote 50 °C opisuje patent V. Británie 722 625. Chloráciu suspendovanej 2-metylphenoxyoctovej kyseliny pri hodnote pH rovnej 1 v heterogénnej fáze za prítomnosti kyseliny chlórvoďkovej chlórňanom sodným pri teplote 20 stupňov Celzia opisuje DAS 1 027 680. Chlorácia sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlórrom v prítomnosti hydrouhličitanu je opísaná v pat. V. Británie 855 504. Výroba 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny pomocou chlórňanu sodného v prítomnosti minerálnej alebo karboxylovej kyseliny, výrobu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny a získanie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny vyzrážaním s prebytkom vodného roztoku minerálnej kyseliny opisuje čs. AO 179 200.

Nevýhodou prípravy 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny chloráciou 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom je, že po neutralizácii 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny vodným roztokom amoniaku sa získava maximálne 40%-ný vodný roztok amónnej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Vysoký obsah vody spôsobuje zvýšenie nákladov na obaly i dopravu. Pri skladovaní za nižších teplôt dochádza ku kryštalizácii produktu, čo spôsobuje problémy pred samotnou aplikáciou produktu v poľnohospodárskom sektore. Podobne nevýhody majú i vodné roztoky sodných, draselných, amínových solí 2-metyl-4-chlórphenoxyoctových kyselín, ktorých koncentrácia vo vodnom roztoku dosahuje 18 max. 40 % hmotnostných.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom výroby soli s alkalickým kovom alebo kovom alkalických zemín 2-metyl-chlórphenoxyoctových kyselín podľa pred-

metu vynálezu. Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová vyrobená chloráciou 2-metylphenoxyoctovej kyseliny (alebo jej sodnej, resp. draselnej soli) plynným chlórrom sa získava zo stupňa chlorácie pri teplote cca 100 stupňov Celzia.

Takto získaná tavenina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny po oddelení vodnej fázy od organickej sa ďalej neutralizuje pri teplote 85 až 100 °C vodným roztokom NaOH, alebo KOH, prípadne Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Na neutralizáciu taveniny 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny možno použiť i kombinácie vodných roztokov alkalických hydroxidov a ebo uhličitanov. Neutralizáciu taveniny pri uvedenej teplote možno uskutočniť hydroxidom, uhličitanom, kyslíčnikom alkalického kovu alebo kovu alkalických zemín.

Počas neutralizácie pri teplote 85 až 100 stupňov Celzia sa neutralizačná voda samovoľne uvoľňuje z reakčného priestoru a odchádza z taveniny neutralizovanej 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny vo forme vodných pár, ktoré sa oddeľujú a kondenzujú. Neutralizáciu možno robiť kontinuálne alebo diskontinuálne v neutralizačnom žlabi pri teplotách 85 až 100 °C.

Prevedenie vynálezu je jednoduché a dávkovanie neutralizačného média sa robí na základe obsahu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctových kyselín, pričom molárny pomer neutralizačného média ku 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseline je 1 až 3 ku 1. V prípade použitia soli na výrobu kombinovaných herbicídnych prípravkov je možné neutralizáciu uskutočniť i v molárnom pomere neutralizačného média ku MCPA 1 : 3.

Tavenina soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny tvoriaca nízkoviskóznú kvapalinu sa ďalej chladí, pričom tuhne na krehkú hmotu, ktorá sa dobre drví a melie, alebo v procese chladenia upravuje do rôznych finálnych foriem (drť, peletka, tabletká, šupinka, prášok). Tvrdá a krehká hmotnosť soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa pred aplikáciou v poľnohospodárskom sektore ľahko rozpúšťa vo vode na vodný roztok soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Výhodou uvedeného postupu je, že sa získava produkt vo forme tuhej fázy obsahujúci minimálne 65 % účinnej látky MCPA, pričom v závislosti od podmienok chlorácie i neutralizácie, ako i v závislosti od použitého neutralizačného média možno získať produkt obsahujúci až 90 % MCPA vo forme soli.

Podstatnou mierou sa znížia náklady na obaly produktu, náklady na dopravu. Získava sa produkt, ktorý možno nenáročne skladovať a ktorý sa pred aplikáciou ľahko rozpúšťa vo vode.

#### Príklad 1

2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina sa

pripravila chloráciou 2-metylfenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom a po oddelení vodnej vrstvy sa tavenina 2-metylfenoxyoctovej kyseliny obsahujúca 76 % MCPA neutralizovala 43 %-ným roztokom NaOH pri teplote 85 až 100 °C. Neutralizácia sa uskutočnila diskontinuálne, pričom sa na neutralizáciu použilo 1,4 mól. prebytku NaOH vo forme 43 %-ného roztoku. Výsledné pH taveniny soli MCPA bolo 8,5. Počas neutralizácie sa vodné pary viedli do spätného chladiča a po ochladení sa vodná fáza oddeľovala a nevracala späť do taveniny. Po ukončení neutralizácie sa tavenina sodnej soli MCPA, ktorá tvorí pri uvedenej teplote riedku nízkoviskóznú kvapalinu, ochladila vyliatím na studenú kovovú stenu, na ktorej tvorila jemné šupinky, ktoré sa veľmi ľahko po ochladení na 20 °C oddeľovali od kovovej platne. Tuhá MCPA vo forme sodnej soli obsahovala 75 % MCPA, ľahko sa drtila v laboratórnych drtičkách.

#### Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa namiesto 43 %-ného rozto-

ku, NaOH použil 40 %-ný vodný roztok KOH. Po neutralizácii tuhá MCPA obsahovala 78 percent MCPA.

#### Príklad 3

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že namiesto 43 %-ného roztoku NaOH sa použil  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Neutralizácia sa uskutočnila pri teplote 85–95 °C. Výsledný produkt obsahoval 83 % MCPA vo forme sodnej soli.

#### Príklad 4

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že namiesto roztoku NaOH sa použil metý kysličník vápenatý s obsahom 93,66 % CaO. Neutralizácia sa uskutočnila do pH 7,5, pri ktorej sa získal produkt obsahujúci 86 % MCPA vo forme vápenatej soli.

Vynález je možné použiť pri výrobe solí 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny, ktoré sa používajú ako herbicídny prípravok v poľnohospodárstve.

#### PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby soli s alkalickým kovom alebo kovom alkalických zemín 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny získanej chloráciou 2-metylfenoxyoctovej kyseliny chlórrom vyznačený tým, že tavenina 2-metyl-4-chlórfenoxyoctovej kyseliny po ukončení procesu chlorácie sa oddelí od vodnej fázy

a ďalej sa roztavená 2-metyl-4-chlórfenoxyoctová kyselina pri teplote 85 až 100 °C neutralizuje hydroxidom, uhličitanom, kyslíčnikom alkalického kovu alebo kovu alkalických zemín až po pH 7,5–8,5 a ďalej sa ochladí.