



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

262625

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 103/76

(22) Prihlášené 09 07 86

(21) PV 5221-86.R

(40) Zverejnené 16 07 87

(45) Vydané 14 08 89

(75)

Autor vynálezu

POÖR RÖBERT ing. CSC., HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

(54) **Spôsob prípravy dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxycetovej kyseliny**

Rieši sa neutralizácia 2-metyl-4-chlórfenoxycetovej kyseliny s vodným roztokom dimetylamínu. Kyselina 2-metyl-4-chlórfenoxycetová, znečistená minerálnou kyselinou, sa neutralizuje s vodným roztokom dimetylamínu obsahujúcim hydroxid sodný za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxycetovej kyseliny. Riešenie nájde uplatnenie pri výrobe dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórfenoxycetovej kyseliny, ktorá sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

Vynález sa týka výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová a jej soli sa používajú ako veľmi účinné herbicídy. 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 dochlórňovaním chlórňanom uvádza čs. AO 172 188. Chloráciu 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom pri hodnote pH 4 až 6 opisuje francúzsky patent 1 116 266. 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 rovnjej 1 v heterogénnej fáze za prítomnosti kyseliny chlórvovodíkovej chlórňanom sodným pri teplote 20 °C opisuje DAS 1 027 680. Chlorácia sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlórrom v prítomnosti hydrouhličitánu je opísaná v patente V. Británie 855 504. Výrobu 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 podľa čs. AO 179 200 je, že sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina získava z roztoku po chlorácii vyzrážaním z prebytku minerálnej kyseliny, s následným odfiltrovaním 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny od matečného lúhu minerálnych kyselín.

Filtračný koláč obsahuje 30 až 80 % hmot. phenoxyoctových kyselín, pričom zvyšok do 100 % hmot. tvorí prevažne matečný roztok minerálnych kyselín s koncentráciou 0,2 až 2 % hmot. minerálnej kyseliny. Koncentrácia minerálnych kyselín v matečnom roztoku sa v uvedenom rozmedzí udržiava z toho dôvodu, že suspenzia 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny je v tomto rozmedzí dobre filtrovateľná. Premývanie filtračného koláča sa nerobí z toho dôvodu, že 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina je rozpustná vo vode 2 až 10 g/l (podľa teploty), čo môže zapríčiniť straty produktu. Pri neutralizácii filtračného koláča neutralizačné činidlo okrem neutralizácie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizuje prednostne minerálne kyseliny, čím sa zapríčiňuje jeho strata. Toto je nevýhodné hlavne pri použití drahších neutralizačných činidiel napr. dimetylamínu.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom prípravy dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, podstata ktorého spočíva v tom, že sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina znečistená s minerálnou kyselinou neutralizuje s vodným roztokom dimetylamínu obsahujúcim 0,01 až 5 % hmot. hydroxidu sodného.

Výhodou postupu podľa vynálezu je, že sa na neutralizáciu minerálnych kyselín z filtračného koláča 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny použije omnoho lacnejšie neutralizačné činidlo - hydroxid sodný, pričom sa podstatne zlacní výrobok. Na neutralizáciu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa použije dimetylamín. Na herbicídnych vlastnostiach dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa prakticky nič nezmení. Uskutočnenie vynálezu je jednoduché a nenáročné, pričom množstvo hydroxidu sodného vo vodnom roztoku dimetylamínu sa určí na základe obsahu minerálnych kyselín vo filtračnom koláči 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

P r í k l a d 1

Filtračný koláč 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny pripravený podľa čs. AO 179 200 obsahoval 43,1 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctových kyselín, z ktorých bolo 92,6 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ďalej obsahoval 1,2 % hmot. kyseliny chlórvovodíkovej. Filtračný koláč sa zneutralizoval s 38,2 % hmot. vodným roztokom dimetylamínu obsahujúcim 5,6 % hmot. hydroxidu sodného. Výsledná hodnota pH roztoku bola 7,2.

P r í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že filtračný koláč obsahoval 46,2 % hmot. fenoxyoctových kyselín, z ktorých bolo 0,01 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctových kyselín a obsahoval 0,8 % hmot. kyseliny chlorovodíkovej. Na neutralizáciu sa použil 35,7 % hmot. vodný roztok dimetylamínu obsahujúci 3,8 % hmot. hydroxidu sodného. Výsledná hodnota pH roztoku po neutralizácii bola 7,5.

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

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizáciou 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny znečistenej minerálnou kyselinou s dimetylamínom vyznačujúci sa tým, že neutralizácie 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa robí s vodným roztokom dimetylamínu obsahujúcim 0,1 až 5 % hmot. hydroxidu sodného.