

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

255350
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 103/76

(22) Prihlásené 09 07 86
(21) [PV 5224-86.X]

(40) Zverejnené 16 07 87

(45) Vydané 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

POÓR RÓBERT ing. CSc., HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

(54) **Spôsob výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej kyseliny**

1

2

Rieši sa neutralizácia 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej kyseliny s dimetylamínom a výroba dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej kyseliny.

Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxycetová znečistená minerálnou kyselinou sa zneutralizuje s dimetylamínom a po neutralizácii sa k reakčnej zmesi pridá 2-metyl-4-chlórphenoxycetan sodný.

Riešenie nájde uplatnenie pri výrobe dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxycetovej 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 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 č. 99 892, kontinuálny spôsob chlorácie voľnej 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom opisuje čs. patent 107 807. Možnosť kombinácie chlorácie 2-metylphenoxyoctovej kyseliny plynným chlórrom s následným dochlórovaním chlórňanom uvádza čs. AO č. 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 chlórrovodíkovej chlórňanom sodným pri teplote 20 °C opisuje DAS 1 027 680. Chlorácia sodnej soli 2-metylphenoxyoctovej kyseliny chlórrom v prítomnosti hydrouhličitanu 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 získa 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. fenoxycetových 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 — dimetylamínu.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, podstatu ktorého spočíva v tom, že sa 2-metyl-4-chlórphenoxyoctová kyselina znečistená minerálnymi kyselinami neutralizuje s dimetylamínom za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Minerálna kyselina znečisťujúca 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovú kyselinu zreaguje s dimetylamínom za vzniku dimetylamínovej soli minerálnej kyseliny. Po neutralizácii sa k reakčnej zmesi pridá sodná soľ 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá zreaguje s dimetylamínovou soľou minerálnej kyseliny za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a sodnej soli minerálnej kyseliny.

Výhodne je použiť nižšie množstvo sodnej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ako je ekvimolárne množstvo ku dimetylamínovej soli minerálnej kyseliny.

Výhodou postupu podľa vynálezu je, že sa na neutralizáciu minerálnych kyselín znečisťujúcich 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovú kyselinu použije omnoho lacnejšie neutralizačné činidlo ako dimetylamín. Pri vzniku sodnej soli minerálnej kyseliny sa prakticky všetok dimetylamín využije na neutralizáciu 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, čím sa zlacní výrobok. Výhodne sa dá vynález použiť, ak sa súčasne okrem dimetylamínovej soli vyrába i sodná soľ 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Prevedenie vynálezu je jednoduché a nenáročné, pričom množstvo sodnej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa určí na základe obsahu minerálnych kyselín vo filtračnom koláči 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

Príklad 1

Filtračný koláč 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny sa pripravil podľa čs. AO číslo 179 200. Obsahoval 44,6 % hmot. fenoxycetových kyselín, z ktorých bolo 71,2 % hmot. 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ďalej obsahoval 0,9 % hmot. kyseliny chlórrovodíkovej. Filtračný koláč sa zneutralizoval s 44,2 % hmot. vodným roztokom dimetylamínu, pričom hodnota pH reakčnej zmesi bola 7,8. Potom sa k jednému litru reakčnej zmesi pridalo 130 g 82,5 % hmot. sodnej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá zreagovala s dimetylamínohydrochloridom za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a chloridu sodného.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že po neutralizácii sa k reakčnej zmesi pridalo 400 ml 30,2 % hmot. vodného roztoku sodnej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny. Výsledná hodnota pH roztoku bola 8,1.

Vynález je možné použiť pri výrobe dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.

tovej kyseliny, ktorá sa používa ako herbicíd v poľnohospodárstve.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob výroby dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny neutralizáciou 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny znečistenej minerálnou kyselinou s dimetylamínom za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny a dimetylamínovej soli minerálnej kyseliny vyzna-

čujúci sa tým, že po ukončení neutralizácie s dimetylamínom sa k reakčnej zmesi pridá sodná soľ 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny, ktorá zreaguje s dimetylamínovou soľou minerálnej kyseliny za vzniku dimetylamínovej soli 2-metyl-4-chlórphenoxyoctovej kyseliny.