



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 31.12.75 (P. 186175)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.07.77

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1979



Int. Cl.² C07C 59/26

Twórcy wynalazku: Wiesław Moszczyński, Marian Budziar, Jan Jach

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)

Sposób wytwarzania pochodnych chlorowych kwasu 2-metylofenoksyoctowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania pochodnych chlorowych kwasu 2-metylofenoksyoctowego (kwas MPA) polegający na chlorowaniu kwasu MPA w obecności rozpuszczalnika organicznego oraz wody i soli mineralnych.

Znane sposoby wytwarzania pochodnych chlorowych kwasu MPA polegają na chlorowaniu rozтворu lub zawiesiny organicznej czystego MPA. Chlorowanie prowadzi się w temperaturze pokojowej lub na gorąco za pomocą chloru lub innego 5 czynnika chlorującego, najczęściej w obecności katalizatorów ułatwiających chlorowanie. Niedostatkim znanych sposobów jest konieczność stosowania dużych objętości rozpuszczalnika organicznego z reguły 7- do 15-krotnie większych, aniżeli użyty 10 kwas MPA. Inną niedogodność stanowi stosowanie kwasu MPA w postaci odwodnionej i oczyszczonej. Kwas MPA otrzymywany jest w przemyśle zazwyczaj w postaci uwodnionej pasty, silnie zasolonej, zanieczyszczonej o-krezołem i kwasem gli- 15 koloowym. Wysoki punkt topnienia kwasu MPA leżący w granicach 155—156°C, trudna rozpuszczalność w konwencjonalnych rozpuszczalnikach oraz silna sublimacja w temperaturze powyżej 100°C, w sposób istotny utrudniają operacje oddzielania 20 wody i zanieczyszczeń oraz suszenia kwasu MPA jak też bezpośredniego chlorowania kwasu MPA w postaci stopu.

Sposób według wynalazku polega na chlorowa- 25 niu w temperaturze powyżej 50°C stopu kwasu

2

MPA otrzymanego przez ogrzewanie uwodnionego i zasolonego kwasu MPA, w obecności rozpuszczalnika organicznego, obniżającego temperaturę 30 topnienia mieszaniny do granicy poniżej 105°C i umożliwiającego rozdział na dwie fazy ciekłe — organiczną i wodną. Fazę wodną, zawierającą sole mineralne oraz wolny kwas solny oddziela się od produktu zawartego w fazie organicznej, na gorą- 35 co, przed lub po chlorowaniu. Zaletą sposobu według wynalazku jest możliwość stosowania technicznego kwasu MPA w postaci silnie uwodnionej i zasolonej pasty oraz operowanie małymi ilościami rozpuszczalnika organicznego. Rozpuszczalnik orga- 40 niczny z grupy chlorowanych węglowodorów, korzystnie czterochloroetan, stosuje się w ilości 1 do 5 części wagowych na 1 część kwasu MPA, krzystalnie 3 części na 1 część kwasu. Ograniczenie ilości rozpuszczalnika organicznego, który spełnia rolę 45 czynnika obniżającego temperaturę topnienia kwasu MPA oraz możliwość oddzielenia wody i zanieczyszczeń mineralnych, obok korzyści technicznych i ekonomicznych, sprzyja także ograniczeniu wy- 50 stępującej w procesie ubocznej reakcji powstawania spirolaktonu, obniżającej wydajność syntezy.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się, jako 55 produkt chlorowania, kwas 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowy, z wydajnością rzędu 95%, o czystości 90—95%.

Przykład I. 1 cz. wagową kwasu 2-metylo- 60 fenoksyoctowego, w postaci uwodnionej i zasolo-

nej 40% pasty, miesza się z 2 cz. wagowymi czterochloroetanu i po ogrzaniu do 90°C, powstałą mieszaninę chloruje się bezpośrednio równomolową ilością gazowego chloru, stale mieszając w czasie około 1 godziny. Następnie zatrzymuje się miesza-
 dło i po rozdzieleniu się faz oddziela się dolną warstwę organiczną zawierającą produkt, podczas gdy górna warstwa zawiera chlorek sodu, kwas solny i kwas glikolowy w roztworze wodnym. Warstwę organiczną wychładza się, filtruje i prze-
 mywa na filtrze czterochloroetanem. Otrzymuje się kwas 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowy o czystości 98%, z wydajnością 88%.

Przykład II. 1 cz. wagową 30% soli sodowej kwasu 2-metylofenoksyoctowego, silnie zasolonej, zadaje się 1 cz. wagową czterochloroetanu, zakwa-
 sza stężonym kwasem solnym do pH 2 i ogrzewa, mieszając, do temperatury 90—95°C. Po wyłącze-
 niu miesza-
 dła, oddziela się dolną warstwę orga-
 niczną zawierającą stopiony kwas MPA. Fazę or-
 ganiczną chloruje się bezpośrednio, lub po dodatko-
 wym osuszeniu śladów wody, równomolową ilością
 gazowego chloru, w temperaturze 90—100°C, po
 czym całość przedmuchuje się powietrzem w celu
 odpędzenia pozostałości gazowego chloru i chloro-
 wodoru. Po usunięciu czterochloroetanu za pomocą
 destylacji próżniowej lub z parą wodną otrzymuje
 się kwas 2-metylo-4-chlorofenoksyoctowy o czy-
 stości 91—93%, z wydajnością 95%.

Przykład III. 1 cz. wagową mokrej, zasolo-

nej 60% pasty kwasu 2-metylofenoksyoctowego
 miesza się z 2,5 cz. wagowymi perchloroetylenu
 i ogrzewa do temperatury 90—95°C. Przy tej tem-
 peraturze mieszaninę chloruje się równomolową
 ilością gazowego chloru, a następnie wyłącza mie-
 szadło i otrzymane dwie fazy ciekłe rozdziela się.
 Fazę organiczną, zawierającą produkt, ekstrahuje
 się 5% roztworem sody, kilkoma porcjami, do zo-
 bojętnienia perchloroetyleny. Otrzymuje się około
 15% roztwór kwasu 2-metylo-4-chlorofenoksy-
 octowego, w postaci soli sodowej, który suszy się
 w suszarni rozpyłowej. Wydajność 95%, czystość
 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania pochodnych chlorowych
 kwasu 2-metylofenoksyoctowego przy użyciu chlo-
 ru oraz rozpuszczalnika organicznego, **znamienny**
 tym, że techniczny kwas 2-metylofenoksyoctowy
 w postaci uwodnionej i zasolonej pasty ogrzewa
 się do stopienia w obecności rozpuszczalnika orga-
 nicznego z grupy chlorowanych węglowodorów,
 korzystnie czterochloroetanu, obniżającego tempe-
 raturę topnienia kwasu poniżej 105°C, użytego w
 stosunku 1 do 5 części wagowych na 1 część kwasu,
 a następnie otrzymaną mieszaninę dwóch faz cie-
 kłych lub tylko oddzieloną warstwę organiczną
 chloruje się do pożądanej zawartości chloru, przy
 temperaturze powyżej 50°C.