

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

**232121**  
(11) (B1)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

(22) Prihlásené 11 04 83  
(21) (PV 2588-83)

(40) Zverejnené 14 05 84

(45) Vydané 15 12 86

[51] Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 07 C 79/26  
C 07 F 9/18  
//A 01 N 57/14

(75)

Autor vynálezu

DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK, HAUSKRECHT PETER ing.,  
VANEK JÁN, BRATISLAVA

## (54) Spôsob izolácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného

1

2

Vynález rieši izoláciu 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného obsahujúceho ako nečistoty anorganické soli, organické zlúčeniny fosforu síry a/alebo chlóru, zvyšky aromatického rozpúšťadla z výroby O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu.

3-methyl-4-nitrofenolát sodný sa oddelí od sprievodných nečistôt kryštalizáciou pri teplote 2 až 60 °C, s výhodou pri 5 až 25 °C, pri absolútnom tlaku 1500 Pa až 105 kPa.

Vynález možno využiť pri výrobe a čistení 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, ktorý sa používa ako medziprodukt pri výrobe insekticídov.

Vynález sa týka izolácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z vodného roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného kryštalizáciou.

Na výrobu prípravkov na ochranu rastlín ako napríklad O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu a 3-metyl-4-dimetylamínofenyl-3-metylkarbonátu sa používa 3-metyl-4-nitrofenol. Z početných spôsobov prípravy 3-metyl-4-nitrofenolu sa najčastejšie používajú tieto: reakcia m-toluidínu s kyselinou sírovou a dusitanom sodným, priama nitrácia 3-metyl-4-nitrofenolu, hlavne však nitrácia 3-metyl-4-nitrofenolu na 3-metyl-4-nitrofenol s následnou oxidáciou na 3-metyl-4-nitrofenol pomocou kyseliny dusičnej, peroxidu vodíka a iných oxidačných činidiel. Oxidáciou 3-metyl-4-nitrofenolu kyselinou dusičnou na 3-metyl-4-nitrofenol popisuje ČSSR AO 146 179. Prípravu 3-metyl-4-nitrofenolu v prostredí roztoku minerálnej kyseliny s následnou oxidáciou 3-metyl-4-nitrofenolu kyselinou dusičnou popisuje ČSSR AO 149 726. Podobná príprava, avšak v prostredí nižších alkoholov, je v DOS 2 236 571. Produkt sa vo všetkých troch prípadoch získava jeho vykryštalizovaním, filtráciou, premytím a vysušením. Čistenie 3-metyl-4-nitrofenolu v prítomnosti vodného roztoku hydrogénsiričitanu sodného alebo draselného popisuje Japonský patent 21 241 (1964). Čistením 3-metyl-4-nitrofenolu a jeho sodnej soli kryštalizáciou v prítomnosti sodných solí minerálnych kyselín sa zaoberá ČSSR AO 147 502 a je podrobne popísané v článku Macko J., Vaňo J., Ďulák K.: Chem. prům. 29/54 č. 8, 408 (1979). Vo vyššie uvedených literatúrnych odkazoch sa nerieši čistenie a výroba 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z roztokov vznikajúcich pri výrobe organických zlúčenín fosforu, pričom jedna reakčná komponenta je 3-metyl-4-nitrofenol a/alebo jeho sodná soľ.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené podľa vynálezu spôsobom izolácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, podstata ktorého spočíva v tom, že sa 3-metyl-4-nitrofenolát sodný izoluje z vodného roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, ktorý je znečistený anorganickými solami, organickými zlúčeninami fosforu, síry a/alebo chlóru, zvyškami aromatického rozpúšťadla, z výroby O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu, 3-metyl-4-nitrofenolát sodný sa oddelí od väčšiny sprievodných nečistôt kryštalizáciou v prítomnosti minerálnych solí za teploty 2 až 60 °C, s výhodou 5 až 25 °C. Výhodne sa použije pri procese tlak nižší, ako je tlak atmosférický.

Postupom podľa vynálezu je možné získať 3-metyl-4-nitrofenolát sodný z odpadných vôd odpadajúcich z výroby O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu. Kryštalizáciou 3-metyl-4-nitrofenolátu za vhodné zvolených podmienok je možné dostať produkt veľmi dobrej kvality, ktorý je možné opäť použiť pri výrobe O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu. Postup je

vhodný použiť pri odpadných vodách, ktoré obsahujú väčšie množstvo 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného a menšie množstvo minerálnych solí. Pri kryštalizácii sa produkt nimi iba nepatrne znečisťuje. Malé množstvo minerálnych solí nie je na závädu pri výrobe O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu. Znížením tlaku pri procese, oproti atmosférickému, sa zabráni znečisteniu pracovného prostredia prchavými organickými zlúčeninami. Realizácia spôsobu podľa vynálezu je jednoduchá a nenáročná.

#### Príklad 1

O,O-dimethyl-O-(3-methyl-4-nitrofenyl)tiofosfát sa pripravil kondenzáciou O,O-dimethylchloritiofosfátu s 3-metyl-4-nitrofenolátom sodným v prítomnosti  $K_2CO_3$  a toluénu. Nezreagovaný kryštalický 3-metyl-4-nitrofenolát sodný spolu s  $K_2CO_3$  a NaCl sa rozpustil vo vode. Získal sa 32,4 % hmot. vodný roztok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, ktorý obsahoval 8 % hmot.  $K_2CO_3$ , chlorid sodný, 0,03 % hmot. toluénu, organické zlúčeniny fosforu stanovené ako organický fosfor 0,11 % hmot. Teplota roztoku bola 70 °C. K 200 ml roztoku sa pridalo 20 g  $Na_2CO_3$  a po jeho rozpustení sa nechalo ochladením vykryštalizovať pri teplote 2 °C. Kryštaly sa odfiltrovali. Vo filtráte bolo 0,12 % hmot. organického fosforu a 0,02 % hmot. toluénu. Výťažok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného bol 93,7 % z teórie.

#### Príklad 2

200 ml roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z príkladu 1 sa vyhrialo na teplotu varu počas 30 minút. Počas procesu sa udržiaval mierny podtlak o 5 kPa nižší, ako bol tlak atmosférický. Potom sa roztok doplnením odparenej vody upravil na pôvodný objem a teplotu 82 °C. Roztok obsahoval 0,01 % hmot. toluénu a 0,07 % hmot. organického fosforu, 0,05 % hmot. síry a 0,01 % hmot. chlóru. Ďalej sa postupovalo ako v príklade 1. Vo filtráte bolo 0,08 % hmot. organického fosforu. Výťažok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného bol 92,9 % z teórie.

#### Príklad 3

K 200 ml roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z príkladu 1 sa pridalo 20 g aktívovaného bentonitu. Po 1 h sa bentonit odfiltroval. Roztok obsahoval 0,08 % hmot. organického fosforu a 0,02 % hmot. toluénu. Ďalej sa postupovalo ako v príklade 1. Vo filtráte bolo 0,08 % hmot. organického fosforu a 0,03 % hmot. toluénu. Výťažok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného bol 93,4 % z teórie.

#### Príklad 4

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým

rozdielom, že sa postupne znižoval tlak v banke z atmosférického tlaku na tlak 1500 Pa. Znižovanie tlaku sa robilo tak, aby obsah banky nevykypel. Zmes sa súčasne aj adiabaticky chladila. Výťažok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného bol 94,5 % z teórie.

#### Príklad 5

Postupovalo sa podľa príkladu 2 s tým

rozdielom, že obsah banky vykryštalizoval pri teplote 60 °C. Výťažok 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného bol 88,6 % z teórie.

Vynález je možné použiť pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, ktorý odpadá pri výrobe O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu kondenzáciou O,O-dimetylchlórtiofosfátu s 3-metyl-4-nitrofenolátom sodným.

#### PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob izolácie 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného z vodného roztoku 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného obsahujúceho ako nečistoty anorganické soli, organické zlúčeniny fosforu, síry a/alebo chlóru, zvyšky aromatického rozpúšťadla z výroby O,O-dimetyl-O-(3-metyl-4-nitrofenyl)tiofosfátu, vyznačujúci sa tým, že sa 3-metyl-4-nitro-

fenolát sodný oddelí od väčšiny sprievodných nečistôt kryštalizáciou v prítomnosti minerálnych solí za teploty 2 až 60 °C, s výhodou 5 až 25 °C.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že sa používa absolútny tlak 1500 Pa až 105 kPa.