



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **119447** (13) **C2**
(51) МПК (2019.01)**C07C 51/41** (2006.01)**C07C 63/08** (2006.01)**A01N 37/40** (2006.01)**A01N 39/02** (2006.01)**A01N 43/40** (2006.01)

A01P 13/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД**

(21) Номер заявки: а 2016 04712	(72) Винахідник(и): Брістау Джеймс Тімоті (CN)
(22) Дата подання заявки: 19.06.2014	(73) Власник(и): РОТАМ АГРОКЕМ ІНТЕРНЕТНЛ КОМПАНІ ЛІМІТЕД, Unit 6, 26/F, Trend Centre, 29 Cheung Lee Street, Chai Wan, Hong Kong, China (CN)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.06.2019	(74) Представник: Шампіна Олена Олексіївна, реєстр. №141
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 1319166.3	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: FR 2 588 863 A1 Andrew Rollings ET AL: "Xenobiotic Monitoring in Plants by ⁹ F and ¹ H Nuclear Magnetic Resonance Imaging and Spectroscopy Uptake of Trifluoroacetic Acid in Lycopersicon esculentum", Plant Physiol. United Kingdom (R. E., 1 January 1989 (1989-01-01), pages 1243-1246, retrieved from the Internet: URL: http://www.plantphysiol.org/content/91/4/1243.full.pdf US 5 336 806 A US 2004/133023 A1 WO 96/20155 A1 GB 780 642 A GB 1 301 197 A CN 103025701 A CN 1340508 A
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції: 30.10.2013	
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заяву: GB	
(41) Публікація відомостей про заяву: 25.07.2016, Бюл.№ 14	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.06.2019, Бюл.№ 12	
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ: PCT/CN2014/080265, 19.06.2014	

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ГЕРБІЦИДНИХ СОЛЕЙ КАРБОНОВИХ КИСЛОТ**(57) Реферат:**

Розкритий спосіб отримання гербіцидно активної солі карбонової кислоти, де спосіб включає стадії, за якими: i) карбонову кислоту змішують з висококиплячим органічним розчинником, який не змішується з водою, отримуючи розчин або суспензію; ii) розчин або суспензію, отриману на стадії (i), обробляють основою, утворюючи сіль карбонової кислоти; iii) видаляють розчинник з суміші, отриманої на стадії (ii), отримуючи віджятий осад солі карбонової кислоти; та (iv) висушують віджятий осад, отриманий на стадії (iii). Спосіб особливо прийнятний для отримання солі дикамби. Спосіб отримання дикамба-натрію включає: (1) розчинення карбонової кислоти, яка фактично складається з дикамби, у висококиплячому інертному органічному розчиннику, який не змішується з водою, отримуючи розчин або суспензію; (2) обробку розчину або суспензію дикамби зі стадії 1 основою, вибраною з гідроксиду натрію, бікарбонату натрію та їх

UA 119447 C2

сумішей, в молярному співвідношенні $1:0,97 \pm 0,6 \%$, утворюючи дикамба-натрій; (3) центрифугування реакційної суміші зі стадії 2, отримуючи віджатий осад солі дикамба-натрію; та (4) висушування віджатого осаду дикамба-натрію, отриманого на стадії 3, отримуючи сухий дикамба-натрій, який стабільно має значення рН від приблизно 7 до 10 при розчиненні у воді.

ГАЛУЗЬ ТЕХНІКИ, ДО ЯКОЇ ВІДНОСИТЬСЯ ВІНАХІД

Представлений винахід стосується способу отримання солей карбонових кислот, які мають гербіцидну активність.

ПЕРЕДУМОВИ СТВОРЕННЯ ВІНАХОДУ

5 Гербіцидно активні карбонові кислоти, такі як бензойні кислоти, феноксикарбонові кислоти, піридинкарбонові кислоти та хінолінкарбонові кислоти, як було виявлено, є прийнятними для контролювання росту бур'янів в різноманітних зернових культурах. Зокрема, дані карбонові кислоти класифікують як гербіциди, які регулюють ріст, та діють як синтетичні ауксини в попередженні росту бур'янів в зернових культурах. При використанні для контролю росту

10 небажаних рослин, гербіцидно ефективну кількість одного або більше з даних гербіцидів на основі карбонової кислоти застосовують до місця розташування бур'янів, як правило, з одним або більше сільськогосподарськи прийнятними носіями, поверхнево-активними речовинами та іншими добавками.

Відомо, що гербіцидно активні карбонові кислоти застосовують до сприйнятливих рослин в їх кислотних формах. Однак, їх гербіцидна ефективність є слабкою, оскільки нерозчинні у воді кислотні форми не проникають в достатній мірі в листя сприйнятливих рослин для швидкого та ефективного контролю та знищення. Тому, гербіцидно активні карбонові кислоти традиційно перетворюють з кислотних форм в складні ефіри або солі, для того, щоб підвищити розчинність у воді та покращити властивості проникнення в листок. Як складноефірні, так і сольові форми

20 таких гербіцидно активних карбонових кислот є комерційно доступними.

Загальноприйнятий спосіб отримання солей карбонових кислот полягає у взаємодії водного розчину карбонової кислоти з лужним розчином, який містить лужний метал або амоній, з отриманням відповідної солі карбонової кислоти та води. Сіль карбонової кислоти, як правило, далі висушують, щоб утворити твердий гербіцид.

25 US 3,013,054 розкриває отримання натрію 2-метокси-3,6-дихлорбензоату. В розкритому способі, 2-метокси-3,6-дихлорбензойну кислоту (116 г; 0,5 моль) розчиняють в 500 мл метанолу та обробляють розчином гідроксиду натрію (20 г; 0,5 моль) в 100 мл метанолу. Метанол видаляють шляхом дистиляції в вакуумі на паровій бані, та твердий залишок суспендують в 100 мл холодного сухого ефіру, фільтрують, віджимають насухо, та повністю сушать у вакуумній

30 шафі, отримуючи бажану сіль, 2-метокси-3,6-дихлорбензоат натрію.

US 5,266,553 пропонує отримувати тверді солі за рахунок нейтралізації відповідних арилоксикарбонових кислот основою, з наступним перетворенням отриманого в результаті водного розчину в тверді солі шляхом випаровування води в контрольованих умовах. Тверді солі, крім того, можуть отримувати шляхом випаровування води з відповідних комерційно

35 доступних арилокси-сольових розчинів.

Одна з проблем, що виникають з даними відомими способами, є вартість. Зокрема, щоб висушити сіль карбонової кислоти після її утворення, розчин солі повинен бути нагрітий. В результаті великого об'єму води, яку використовують в отриманні розчину кислоти, та яка утворилась в процесі формування солі карбонової кислоти, вартісним є забезпечити необхідну

40 кількість теплової енергії, щоб висушити розчин солі карбонової кислоти.

Іншою проблемою, яка стосується виробництва солей карбонових кислот, є рН розчинів солей карбонових кислот. Різні способи використовувались для контролю рН розчинів солей карбонових кислот та отриманих в результаті солей карбонових кислот. Зокрема, оскільки отримані в результаті солі карбонових кислот, як правило, повторно розчиняють у воді для їх подальшого застосування, важливим є мати солі, які мають прийнятний рН, коли вони розчинені у воді. Одним із способів регулювання рН солі карбонових кислот є нейтралізувати розчин в міру необхідності перед сушінням. Наприклад, буфери, такі як лужні сполуки, поєднували із солями карбонових кислот для отримання бажаного рН для розчину карбонової кислоти.

45

US 5,266,553 описує спосіб отримання солей карбонових кислот шляхом утворення солей карбонових кислот з карбонової кислоти та лужної сполуки, з наступною взаємодією солі карбонової кислоти з другою лужною буферною сполукою, отримуючи сіль карбонової кислоти, яка має підвищену розчинність у воді. Альтернативний спосіб контролювання рН солей полягає в отриманні різних серій солей карбонових кислот та змішуванні серій для забезпечення бажаного значення рН. Однак, важко висушити солі, особливо, коли вони є липкими, та

50 отримати твердий продукт.

55

Іншою проблемою з відомими способами є вихід за отриманням та чистота. Попередній рівень техніки представляє способи, які є придатними для застосування в лабораторних умовах. Однак, для виробництва в промисловому масштабі, проблеми з низьким виходом та чистотою залишаються невирішеними.

Відповідно, існує необхідність у вдосконаленому способі отримання твердих, легко сипучих та легко розчинних у воді солей карбонових кислот, зокрема, придатних для застосування в промисловому масштабі.

СУТЬ ВІНАХОДУ

Відповідно до представленого винаходу, передбаченим є спосіб отримання гербіцидно активних солей карбонової кислоти, де спосіб включає стадії, на яких:

i) карбонову кислоту змішують з висококиплячим, органічним розчинником, який не змішується з водою, з отриманням розчину або суспензії;

ii) розчин або суспензію, отримані на стадії (i), обробляють основою, з отриманням солі карбонової кислоти;

iii) видаляють розчинник з суміші, отриманої на стадії (ii), з отриманням твердого залишку солі карбонової кислоти; та

iv) сушать твердий залишок, отриманий на стадії (iii).

Спосіб за представленим винаходом прийнятний для отримання твердих, легко сипучих та легко розчинних у воді гербіцидно активних солей карбонових кислот, зокрема, прийнятний для застосування в промисловому масштабі. Спосіб дозволяє отримувати гербіцидні солі карбонових кислот з нижчою вартістю, ніж у відомих способів, зокрема, завдяки більш низьким потребам в енергії. Спосіб, крім того, має вдосконалену зручність у використанні.

ДЕТАЛЬНИЙ ОПИС ВІНАХОДУ

Спосіб за представленим винаходом придатний для гербіцидно активних карбонових кислот. Спосіб за представленим винаходом можуть застосовувати до будь-якої гербіцидно активної сполуки з функціональністю карбонової кислоти. Такі гербіцидно активні карбонові кислоти відомі в даній галузі з рівня техніки, де більшість є комерційно доступними. Переважно карбонові кислоти вибирають з бензойних кислот, феноксикарбонових кислот, піридинкарбонових кислот та хінолінкарбонових кислот.

Переважними гербіцидами бензойних кислот є 2-метокси-3,6-дихлорбензойна кислота (дикамба); 3,5-6-трихлор-о-анісова кислота (трикамба); 3-аміно-2,5-дихлорбензойна кислота (хлорамбен); 5-2[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нітробензойна кислота; 2,3,5-трийодбензойна кислота; та трихлорбензойна кислота. Переважними гербіцидами феноксикарбонових кислот є 2,4-дихлорфеноксіцтова кислота (2,4-D); 4-(2,4-дихлорфенокси)масляна кислота (2,4-DB); 2-(2,4-дихлорфенокси)пропіонова кислота (2,4-DP); 2,4,5-трихлорфеноксіцтова кислота (2,4,5-T); 2-(2,4,5-трихлорфенокси)пропіонова кислота; 4-хлор-2-метилфеноксіцтова кислота (MCPA); 2-(4-хлор-2-метилфенокси)пропіонова кислота (MCPB); 4-(4-хлор-2-метилфенокси)масляна кислота (MCPV); та 2-[4-(2',4'-дихлорфенокси)фенокси]пропанова кислота. Переважними гербіцидами піридинкарбонових кислот є 4-аміно-3,5,6-трихлорпіколінова кислота (пиклорам); 3,5,6-трихлор-2-піридилксіцтова кислота (триклопир); клопиралід; та флуороксипір. Переважні гербіциди хінолінкарбонових кислот вибирають з хінклораку та хінмерак.

Спосіб за представленим винаходом особливо прийнятний для застосування щодо гербіцидів бензойної кислоти, зокрема дикамби.

Спосіб за представленим винаходом використовує розчинник. Розчинник представляє собою висококиплячий, органічний розчинник, який не змішується з водою. Розчинник є фактично інертним, він не взаємодіє з карбоною кислотою або її сіллю. Для того, щоб досягти гарну відокремлюваність від реакційної суміші та солі карбонової кислоти в звичайному способі з більш високим виходом за реакцією, прийнятний розчинник повинен переважно демонструвати низьку/відсутню сольватаційну здатність до солі карбонової кислоти, яку отримують в способі.

Розчинник змішують з карбоною кислотою, утворюючи розчин або суспензію.

Прийнятні розчинники включають будь-який розчинник, який функціонує як розчинник та/або азеотропоутворювач для вихідної карбонової кислоти.

Розчинник має високу температуру кипіння. Загалом, розчинник з високою температурою кипіння представляє собою розчинник, який має температуру кипіння вище 70 °C. Температура кипіння розчинника становить переважно вище 80 °C. Прийнятні органічні розчинники, включають ароматичні розчинники, такі як толуол та ксилол, та вищі спирти, які не змішуються з водою, такі як н-бутанол та ізобутанол, пентаноли, гексаноли, гептаноли та їх суміші.

В одному варіанті здійснення способу, зазначений вище висококиплячий інертний органічний розчинник, який не змішується з водою, є прийнятним для розчинення карбонової кислоти та його переважно застосовують, щонайменше, в такій кількості, щоб розчинити або добре суспендувати карбонову кислоту. Переважно, вихідна сировина карбонової кислоти є

розчинною у вибраному органічному розчиннику, та відповідний розчинник використовують, щоб утворити розчин карбонової кислоти.

В переважному варіанті здійснення, зазначений вище висококиплячий інертний органічний розчинник, який не змішується з водою, функціонує як азеотропоутворювач та прийнятний для видалення води з реакційної суміші. Вода може бути присутньою в основі, наприклад, коли основу застосовують в формі водного розчину, та/або може утворюватись в ході реакції між карбоною кислотою та основою. Зокрема, переважним є те, що органічний розчинник утворює азеотроп з водою. Внаслідок цього, вода може бути видалена з реакційної суміші шляхом азеотропної дистиляції.

В даному варіанті здійснення, воду, яка присутня в основі та/або утворилася в процесі утворення солі карбонової кислоти, видаляють разом з висококиплячим, інертним органічним розчинником, який не змішується з водою, шляхом азеотропної дистиляції. Зокрема, азеотропну дистиляцію можуть проводити з реакційною сумішшю, щоб видалити розчинник та воду, в той час як відбувається реакція між карбоною кислотою та основою. Температуру кипіння азеотропу визначають за вибраним розчинником. Наприклад, ксилол утворює азеотроп з водою, який містить 60 % ксилолу, та який має температуру кипіння 94,5 °C. Толуол утворює азеотроп з водою, який містить 80 % толуол та який має температуру кипіння 85 °C.

В одному варіанті здійснення, розчинник вибирають таким чином, що температура кипіння азеотропу розчинник/вода є вищою, ніж температура реакції. Внаслідок цього, вода та розчинник можуть бути видаленими з реакційної суміші після того, як відбулася реакція. Якщо температура реакції є вищою за температуру кипіння азеотропу, суміш розчинник/вода може бути видалена з реакційної суміші випаровуванням. Зокрема, тепло, яке вивільняється в результаті реакції між карбоною кислотою та основою, може використовуватись для випарювання азеотропу розчинник/вода. Внаслідок цього, вода, яка утворюється в реакції між карбоною кислотою та основою може видалятися одночасно з випаровуванням азеотропу з реакційної суміші, наприклад, при здійсненні азеотропної дистиляції реакційної суміші в той час як відбувається реакція. В переважному варіанті здійснення, розчинник вибирають, таким чином, що температура кипіння азеотропу розчинник/вода є близькою до, що знаходиться в межах +/- 5 °C, більш переважно +/- 3 °C, або фактично такою самою як температура реакції. Іншими словами, в переважному варіанті здійснення, реакцію проводять при температурі близькій до або при температурі кипіння азеотропу розчинник/вода.

Органічний розчинник переважно вибирають так, що він має відносно високу сольватаційну здатність по відношенню до карбонової кислоти та низьку сольватаційну здатність по відношенню до солі, іншими словами, так, що карбонова кислота є легко розчинною в розчиннику, тоді як сіль є помірно розчинною або фактично нерозчинною в розчиннику. Розчинник, крім того, вибирають так, що він має високу сольватаційну здатність до домішок, таких як хлорфеноли, феноксикислота та інші органічні домішки, які можуть бути присутніми у вихідній сировині карбонової кислоти, іншими словами, домішки є легко розчинними в розчиннику. Внаслідок цього, будь-яка карбонова кислота, яка залишилася після реакції з основою та будь-які домішки можуть бути безперешкодно видалені з сольового продукту.

Перетворення карбонової кислоти в її сіль можуть здійснювати, застосовуючи будь-яку прийнятну основу. Основа може бути органічною або неорганічною. Переважними основами є основи металів групи I або групи II, таких як калій, натрій, кальцій та магній. Основи металів групи I є особливо переважними, зокрема основи натрію або калію. Основи, які містять іони амонію, є також особливо прийнятними для застосування в способі за даним винаходом. Прийнятні органічні основи включають аміни.

Приклади прийятних основ без обмеження включають: гідроксиди лужних металів, наприклад, гідроксид натрію та гідроксид калій; оксиди лужних металів; карбонати та гідрокарбонати лужних металів, наприклад, карбонат калію, карбонат натрію, бікарбонат калію, бікарбонат натрію; ацетати та форміати лужних металів, наприклад, ацетат натрію; амонію; та алкіл-заміщені первинні, вторинні та третинні аміни, які мають від 1 до 4 атомів вуглецю, наприклад, етаноламін, та 1,2-етандіамін.

Як зазначено вище, відповідний вибір органічного розчинника дозволяє легко видалити воду з реакційної суміші або продукту реакції, разом з розчинником. Відповідно, основу можуть застосовувати у вигляді водного розчину.

Реакція між карбоною кислотою та основою можуть здійснювати в будь-яких прийятних умовах температури та тиску. Прийнятний діапазон температур від 50 °C до 250 °C, переважно, від 50 °C до 200 °C, більш переважно від 60 °C до 200 °C, ще більш переважно від 60 °C до 150 °C, ще більш переважно від 80 °C до 150 °C. Температура в діапазоні від 90 °C до 150 °C є

особливо прийнятною в багатьох варіантах здійснення. Реакцію можуть проводити найбільш зручно при нормальному або атмосферному тиску.

Утворені солі карбонових кислот та органічний розчинник можуть бути розділені за будь-яким прийнятним способом. Сіль та розчинник переважно розділяють шляхом центрифугуванням, за рахунок нерозчинності солей карбонових кислот в розчиннику. Солі, отримані відповідно до винаходу, додатково можуть висушувати, застосовуючи загальноприйняті способи висушування, наприклад, контактні або конвекційні способи сушки, які здійснюють при прийнятній температурі, такий як від 50 °C до 80 °C при зниженому тиску.

Кислотні форми гербіцидних сполук, як правило, є нерозчинними у воді. Відповідно, якщо достатня кількість кислотної форми гербіцидної сполуки, є присутньою в солі, гербіцидна сольова композиція є неповністю розчинною у воді. Внаслідок цього, загальноприйняті способи виділення солей включають застосування надлишкової кількості основи в гербіцидній композиції. Дана надлишкова кількість нейтралізуючої основи обумовлює композицію, яка має високий рН, що призводить до можливих проблем з корозією. Коли застосовують амін як нейтралізуючу основу, композиція також може мати нейтралізуючий "риб'ячий" запах. Неочікувано, було виявлено, що в способі відповідно до представленого винаходу, карбонова кислота не повинна бути повністю нейтралізованою основою, щоб забезпечити фактично повністю розчинну у воді, гербіцидно активну композицію солі карбонової кислоти. Розчинна у воді гербіцидна сіль карбонової кислоти може бути виділена за умови, що, щонайменше, 97 % карбонової кислоти є нейтралізованими. Іншими словами, необхідним є тільки забезпечити, щонайменше, 97 % від стехіометричної кількості основи, потрібної для взаємодії з карбоною кислотою на стадії (ii). Відповідно, не має потреби в надлишковій кількості основи. Як результат, продукт за способом за представленим винаходом є менш корозійно-активним та менш пахучим, наприклад, при застосуванні амонію або похідних амонію як основи. В способі за представленим винаходом, основу переважно застосовують в кількості від приблизно 97 до приблизно 100 мольних відсотків, в межах приблизно 1 %, переважно 0,6 % відхилення, від кількості, достатньої для нейтралізації вихідної сировини карбонової кислоти. Кількість та похибка швидкості подачі основи, достатньої для нейтралізації карбонової кислоти в межах бажаних рН обмежень, можуть бути визначені, застосовуючи способи титрування, відомі в даній галузі з рівня техніки.

Як зазначено вище, спосіб за представленим винаходом є особливо прийнятним для застосування з дикамбою. Відповідно, в одному переважному варіанті здійснення, дикамба-натрій отримують шляхом змішування дикамби та основи в молярному співвідношенні 1:0,97±0,6 %, що становить від 1:0,964 до 1:0,976. основа переважно представляє собою основу лужних металів, зокрема, натрієву основу, наприклад, вибрану з гідроксиду натрію, бікарбонату натрію та їх суміші. Виявлено, що контролювання співвідношення дикамби та основи в межах зазначеного вище діапазону забезпечує перевагу продукування дикамба-натрію, що відповідно має рН від приблизно 7 до 10, коли розчинений у воді.

Сіль карбонової кислоти та будь-яку залишкову карбонову кислоту, розчинену або суспендовану у висококиплячому, органічному розчиннику, який не змішується з водою, відокремлюють на стадії (iii), наприклад, застосовуючи центрифугу, де сіль карбонової кислоти відокремлюють від органічного розчину, щоб отримати віджятий осад солі карбонової кислоти. Віджятий осад солі карбонової кислоти потім переносять в сушарку, де видаляють будь-яку залишкову воду та розчинник. Висушену сіль карбонової кислоти використовують як продукт, та вона не вимагає буферів або періодичного перемішування, щоб регулювати її значення рН. Солі карбонових кислот, отримані за способом за представленим винаходом, отримують при більш низькій вартості за рахунок знижених витрат на нагрівання в процесі їх утворення. Вода, яку використовують в отриманні основи, та/або, яка генерується під час утворення солі карбонової кислоти, може бути видаленою з висококиплячим інертним органічним розчинником, який не змішується з водою, зокрема, шляхом азеотропної дистиляції, та потім видаляють з розчинника. Тепло, яке вивільняється під час реакції, можуть використовувати безпосередньо для випаровування азеотропу. Сіль карбонової кислоти може бути виділена, як віджятий осад з будь-якої залишкової карбонової кислоти шляхом центрифугування. Віджятий осад солі карбонової кислоти може бути завантажений в сушарку, де видаляється будь-яка залишкова вода та розчинник. Як результат, витрати на нагрівання на повне отримання солі карбонової кислоти зменшуються, в порівнянні з відомими способами. Крім того, вода, яку отримують в реакції, може бути видаленою шляхом азеотропної дистиляції. Це, в свою чергу, приносить економічні вигоди, оскільки потрібно менше енергії для висушування солі карбонової кислоти.

Більш того, спосіб за даним винаходом може давати солі карбонових кислот з більш високими виходами та чистотою, зокрема, оскільки висококиплячий інертний органічний

розчинник, який не змішується з водою, можуть вибирати так, що він має високу сольватаційну здатність щодо карбонової кислоти та домішків, але більш низьку сольватаційну здатність щодо солі карбонової кислоти.

Наступні приклади ілюструють винахід. Слід розуміти, однак, що винахід не обмежується виключно конкретними прикладами, наданими нижче.

ПРИКЛАДИ

Приклад 1. Отримання дикамба-натрію

Дикамба (116 г; 0,5 моль) розчиняли в 1160 г толуолу в змішувачі. Додавали розчин гідроксиду натрію (19,3 г, 0,48 моль) в 38,6 мл води, та реакційну суміш кип'ятили зі зворотним холодильником протягом 2 годин, підтримуючи температуру реакції на температурі кипіння азеотропу толуол/вода. Толуол та вода випаровувались під час реакції, конденсувались та збирались вловлювачем. Утворену сіль дикамба потім виділяли з охолодженої реакційної суміші за допомогою центрифугування, утворюючи віджатий осад. Віджатий осад висушували у вакуумній шафі, отримуючи дикамба-натрію, зі значенням рН 7 у воді. Вихід солі дикамба-натрію становив 95 %.

Приклад 2. Отримання МСРА-калію

МСРА (20 г; 0,1 моль) розчиняли в 200 г ксилолу в змішувачі. 100 мл розчину гідроксиду калію (0,1 М) додавали при 90 °C-95 °C, та реакційну суміш кип'ятили зі зворотним холодильником протягом 2 годин, підтримуючи температуру реакції при температурі кипіння азеотропу толуол/вода. Ксилол та вода випаровувались під час реакції, конденсувались та збирались вловлювачем. Утворену МСРА сіль потім виділяли з охолодженої реакційної суміші за допомогою центрифугування, утворюючи віджатий осад. Віджатий осад висушували у вакуумній шафі, отримуючи бажану сіль, МСРА-калію, зі значенням рН 9 у воді. Вихід МСРА-калію становив 98 %.

Приклад 3. Отримання клопіралід-біс(2-гідроксіетил)амонію

Клопіралід (192 г; 1 моль) розчиняли в 2000 г н-бутанолу в змішувачі. 61 мл етаноламіну (1 моль) додавали при 85 °C-90 °C, та реакційну суміш кип'ятили зі зворотним холодильником протягом 2 годин, підтримуючи температуру реакції на температурі кипіння азеотропу толуол/вода. н-Бутанол та вода випаровувались під час реакції, конденсувались та збирались вловлювачем. Утворену сіль клопіраліду потім виділяли з охолодженої реакційної суміші за допомогою центрифугування, утворюючи віджатий осад. Віджатий осад висушували у вакуумній шафі, отримуючи бажану сіль, клопіралід-біс(2-гідроксіетил)амонію, яка має значення рН 8 у воді. Вихід клопіралід-біс(2-гідроксіетил)амонію становив 96 %.

Приклад 4. Отримання хінклорак-натрію

Хінклорак (242 г; 1 моль) розчиняли в 2000 г н-гексанолу в змішувачі. 168 мл бікарбонату натрію (1 М) додавали при 90 °C-95 °C. Реакційну суміш кип'ятили зі зворотним холодильником протягом 2 годин, підтримуючи температуру реакції на температурі кипіння азеотропу толуол/вода. н-Гексанол та вода випаровувались під час реакції, конденсувались та збирались вловлювачем. Утворену сіль хінклораку потім виділяли з охолодженої реакційної суміші за допомогою центрифугування, утворюючи віджатий осад. Віджатий осад потім висушували у вакуумній шафі, отримуючи бажану сіль, хінклорак-натрію, який мав значення рН 10 у воді. Вихід хінклорак-натрію становив 98 %.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб отримання гербіцидно активної солі карбонової кислоти, де спосіб включає стадії, за якими:

i) карбонову кислоту змішують з органічним розчинником, який не змішується з водою та має температуру кипіння щонайменше 70 °C та який утворює азеотроп з водою, з отриманням розчину або суспензії, причому карбонову кислоту вибирають з бензойних кислот, феноксикарбонових кислот, піридинкарбонових кислот та хінолінкарбонових кислот;

ii) розчин або суспензію, отриману на стадії (i), обробляють основою, з утворенням солі карбонової кислоти, де обробку проводять при температурі кипіння азеотропу, причому розчинник видаляють разом з водою шляхом азеотропної дистиляції під час проходження реакції між карбоною кислотою та основою;

iii) видаляють розчинник з суміші, отриманої на стадії (ii), з отриманням віджатого осаду солі карбонової кислоти; та

iv) висушують віджатий осад, отриманий на стадії (iii).

2. Спосіб за пунктом 1, в якому карбонову кислоту вибирають з групи, яка складається з дикамби, трикамби, 2,4-D, МСРА, піклорама, клопіраліду та хінклораку.

3. Спосіб за пунктом 2, в якому карбонова кислота являє собою дикамбу.
4. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому розчинник демонструє низьку або фактично відсутню сольватаційну здатність до солі карбонової кислоти.
5. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому карбонова кислота є розчинною в розчиннику.
6. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому розчинник вибирають з толуолу, ксилолу, н-бутанолу, пентанолів, гексанолів, гептанолів та їх суміші.
7. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому основа являє собою неорганічну основу.
10. Спосіб за пунктом 7, в якому основа являє собою сполуку металу групи I або групи II, або амонію.
9. Спосіб за пунктом 8, в якому основу вибирають з гідроксидів лужних металів, оксидів лужних металів, карбонатів лужних металів, гідрокарбонатів лужних металів, ацетатів лужних металів, форміатів лужних металів та амонію.
10. Спосіб за будь-яким з пунктів 1-6, в якому основа являє собою органічну основу.
15. Спосіб за пунктом 10, в якому основа являє собою алкілзаміщені первинні, вторинні та третинні аміни, які мають від 1 до 4 атомів вуглецю.
12. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому основа забезпечується на стадії (ii) як водна суміш або розчин.
13. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому реакцію на стадії (ii) проводять при температурі від 50 °C до 200 °C.
20. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому від 97 % до 100 % від стехіометричної кількості основи, потрібної для взаємодії з карбоновою кислотою, забезпечуються на стадії (ii).
15. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому розчинник видаляють на стадії (iii) за допомогою центрифугування.
25. Спосіб отримання дикамба-натрію, що включає стадії, за якими:
 - (1) карбонову кислоту, яка фактично складається з дикамби, розчиняють у інертному органічному розчиннику, який не змішується з водою та має температуру кипіння щонайменше 70 °C, та який утворює азеотроп з водою, з отриманням розчину або суспензії;
 - (2) розчин або суспензію дикамби зі стадії (1) обробляють основою, вибраною з гідроксиду натрію, бікарбонату натрію та їх сумішей, з молярним співвідношенням 1:0,97±0,6 %, з утворенням дикамба-натрію, де обробку проводять при температурі кипіння азеотропу, причому розчинник видаляють разом з водою шляхом азеотропної дистиляції під час проходження реакції між карбоновою кислотою та основою;
 - (3) реакційну суміш зі стадії (2) центрифугують, з отриманням віджатого осаду солі дикамба-натрію; та
 - (4) висушують віджятий осад дикамба-натрію, отриманий на стадії (3), з отриманням сухого дикамба-натрію, який стабільно має значення рН від приблизно 7 до 10 при розчиненні у воді.

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601