



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 46167

Kl. 82 a, 1/01

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób przygotowywania kryształów kwasu benzooesowego do suszenia

Patent trwa od dnia 8 grudnia 1961 r.

We wszystkich stosowanych obecnie metodach produkcji kwasu benzooesowego jednym z ostatnich etapów jest krystalizacja kwasu benzooesowego z roztworów wodnych względnie wytrącanie kwasu benzooesowego kwasami mineralnymi z wodnych roztworów soli alkalicznych, najczęściej soli sodowej. W obu przypadkach otrzymuje się zawieszinę kryształów kwasu benzooesowego w wodzie lub roztworze wodnym, którą odsącza się, kryształy przemawia wodą i suszy.

Proces suszenia kryształów kwasu benzooesowego sprawia duże trudności ze względu na:

dużą zawartość wody po odsączeniu — zwykle około 25% w stosunku do ilości kwasu,

bardzo małe przewodnictwo cieplne warstwy kwasu benzooesowego na półkach suszarni,

łatwość sublimacji kwasu benzooesowego, co uniemożliwia zastosowanie wyższych temperatur suszenia.

Powyższe trudności związane są z drobno-kryształiczną postacią kwasu benzooesowego.

Kwas po wysuszeniu posiada bardzo mały ciężar nasypowy, co zwiększa koszty opakowania i transportu.

Wilgotnego kwasu benzooesowego nie można odwadniać przez stopienie i oddestylowanie wody, gdyż przy podgrzaniu do temperatury kilkudziesięciu °C żółknie on, co dyskwalifikuje go jako półprodukt do wielu celów, a w szczególności do celów farmaceutycznych.

Sposób będący przedmiotem niniejszego wynalazku pozwala na wyeliminowanie w znacznym stopniu wymienionych wyżej trudności.

Wilgotne kryształy kwasu benzooesowego stapia się w zbiorniku bezpośrednim działaniem żywej pary wodnej lub drogą ogrzewania przeponowego. Pierwszy sposób jest lepszy, gdyż nie stwarza niebezpieczeństwa przegrzania kwasu, które prowadzi do jego żółknięcia.

Kwas benzooesowy w obecności wody topnieje w temperaturze 93°C. Temperatura topnienia kwasu suchego wynosi 122°C. Po stopieniu powstaje roztwór dwufazowy, w którym skład

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest doc. dr Stanisław Ciborowski.

faz nie zależy od ilości wody w układzie. Warstwa górna zawiera wodny roztwór kwasu benzoesowego, w którym stężenie kwasu zależy od temperatury. Warstwa dolna zawiera około 85% wag. kwasu benzoesowego oraz około 15% wag. wody.

Warstwę dolną spuszcza się przez ogrzewany spust do zamkniętych wanień rozszerzających się ku górze, w których kwas krzepnie. Wanny mogą posiadać przeponowe chłodzenie wodą, mogą być wstawione do basenu z przepływającą wodą, względnie mogą być schłodzone wprost przez kontakt z otaczającym powietrzem.

Po zakrzepnięciu kwasu i ostudzeniu do temperatury około 40°C otwiera się pokrywę wanny, wyjmując blok kwasu, rozdrabnia na odpowiednim urządzeniu do rozdrabniania na ziarno o żądanej wielkości, np. 1 mm i suszy w suszarni w zwykły sposób.

Ponieważ w czasie krzepnięcia kwasu wydziela się z niego część zawartej w nim wody, po otwarciu pokrywy wanny można z nad bloku kwasu zlać warstwę wodną.

Zależnie od szczegółów rozwiązań aparaturowych i sposobu postępowania zawartość wody w kwasie idącym do suszarni wynosi 10–15% wag.

Nagromadzającą się w topniku kwasu warstwę wodną okresowo zwraca się do krystalizatora kwasu.

Otrzymany opisaną metodą kwas posiada barwę równie białą, jak kwas suszony bezpośrednio po odsączeniu.

Sposób według wynalazku wykazuje następujące zalety:

Do suszarni idzie produkt o zawartości wody 10–15% wag., podczas gdy produkt po od-

sączeniu zawiera co najmniej 20% wag. wody; proces suszenia przebiega dużo szybciej z powodu większego przewodnictwa cieplnego ziaren kwasu w porównaniu z płatkami lub z igłami, otrzymywanymi w procesie krystalizacji;

ciężar nasypowy kwasu jest około dwukrotnie większy niż ciężar nasypowy kwasu wykrystalizowanego, wskutek tego grubość warstwy kwasu w suszarni jest dwukrotnie mniejsza, dzięki czemu zmniejszyć można wymiary suszarni;

produkt końcowy również posiada dwukrotnie większy ciężar nasypowy, co pozwala na obniżenie kosztów opakowania i transportu;

zbędne jest staranne odsączenie kwasu, gdyż większy nadmiar wody oddzieli się po stopieniu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób przygotowania kryształów kwasu benzoesowego do suszenia znamienny tym, że przed właściwym procesem suszenia stosuje się zabieg usuwania znacznej ilości wody, polegający na stopieniu wilgotnych kryształów i doprowadzeniu do samorzutnego rozwarstwienia stopionego produktu na dwie fazy, górną z niewielką ilością kwasu benzoesowego zawartego w wodzie i dolną z dużą ilością kwasu benzoesowego zawartego w niewielkiej ilości wody, którą po oddzieleniu od fazy górnej, ostudzeniu do konsystencji stałej i usunięciu z niej wody, ponownie wydzielającej się w czasie studzenia, rozdrabnia się na ziarno do wymaganej wielkości i poddaje suszeniu w zwykły sposób.

Instytut Chemii Ogólnej