



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 10. VIII. 1962 (P 99 489)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 21. IV. 1965

Kl. 12 o, 14

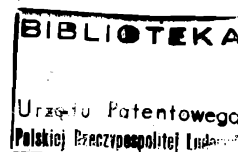
MKP C 07 c

UKD

60/108

Twórca wynalazku: prof. dr Stanisław Ciborowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)



Sposób odzyskiwania benzoesanu sodowego z pozostałości podestylacyjnej otrzymanej po oddestylowaniu kwasu benzoesowego uzyskanego na drodze utleniania toluenu

1

Najtańszą i najszerzej na świecie stosowaną metodą otrzymywania kwasu benzoesowego jest utlenianie toluenu powietrzem w fazie ciekłej. W procesie tym powstaje złożona mieszanina produktów reakcji, z której wydziela się główny produkt, kwas benzoesowy. Zależnie od wymaganej czystości kwasu benzoesowego stosuje się różne metody jego wydzielania, np. krystalizację z surowego produktu reakcji, oddestylowywanie toluenu i rektyfikację pozostałości pod zmniejszonym ciśnieniem i inne. Celem otrzymania kwasu benzoesowego o czystości farmaceutycznej stosować można na przykład sposób destylacji podany w opisie patentowym polskim nr 43077. Polega on na oddestylowaniu toluenu, a następnie destylacji pozostałości z przegrzaną parą wodną, absorpcji par kwasu benzoesowego i pary wodnej w wodzie oraz krystalizacji kwasu benzoesowego z otrzymanego w ten sposób roztworu. W przypadku stosowania tej metody lub innych metod polegających na destylacji bądź rektyfikacji jako pozostałość podestylacyjną otrzymuje się produkt odpadkowy, zawierający na ogół 20—70% kwasu benzoesowego oraz benzoesan benzylu. W mniejszych ilościach występuje również mrówczan, octan i propionian benzylu. Ponadto wspomniana pozostałość zawiera substancje smolistę. Skład pozostałości jest zależny od warunków prowadzenia procesu utleniania toluenu.

2

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania z powyższego produktu czystego benzoesanu sodowego. Sposób według wynalazku polega na tym, że pozostałość podestylacyjną rozdrabnia się na ziarno o wielkości najwyżej 5 mm, a następnie rozpuszcza się w roztworze wodnym wodorotlenku sodowego o stężeniu 5—40%-owym. Dla ułatwienia rozpuszczenia stosuje się nadmiar wodorotlenku sodowego, przy czym wystarczające jest stosowanie nadmiaru około 5%-owego w stosunku do ilości potrzebnej do uzyskania roztworu obojętnego. Rozpuszczeniu ulega na ogół 80—90% użytej pozostałości. Następnie do roztworu o wartości pH powyżej 10 dodaje się odpowiednią ilość kwasu benzoesowego w celu doprowadzenia pH roztworu do wartości około 8. Otrzymany roztwór przesącza się na nucz, oddzielając nierozpuszczalne części stałe. Przesącz zadaje się 1%-owym wodnym roztworem nadmanganianu potasowego w ilości takiej, aby roztwór nie ulegał odbarwieniu w temperaturze pokojowej przez co najmniej 1 godzinę. Następnie roztwór ogrzewa się do wrzenia, dodaje węglę aktywnego i gotuje przez 20 minut po czym roztwór przesącza się. pH przesącza doprowadza się do wartości 8 przez dodanie odpowiedniej ilości kwasu benzoesowego, gdyż w czasie działania nadmanganianem potasowym pH roztworu wzrasta. Roztwór odparowuje się, suchą pozostawia się.

stałość rozdrabnia się na pożądane ziarno, w miarę potrzeby suszy się dodatkowo w suszarni.

W opisaney metodzie można stosować nadmanganian sodowy zamiast nadmanganianu potasowego. Unika się w ten sposób wprowadzenia potasu do produktu.

Przykład. 200 g rozdrobnionej pozostałości otrzymanej po oddestylowaniu z przegrzaną parą wodną kwasu benzoowego rozpuszczono w 10%-owym wodnym roztworze wodorotlenku sodowego w temperaturze pokojowej stosując nadmiar wodorotlenku umożliwiający uzyskanie wartości pH roztworu równego 11. Roztwór zobojętniono do wartości $pH=8$ przez dodanie około 1 g czystego kwasu benzoowego, a następnie przesączono. Identyczne wyniki uzyskano zobojętniając roztwór nie przed przesączeniem, lecz po przesączeniu. Następnie dodawano około 1%-owy roztwór wodny nadmanganianu potasowego (około 50 ml roztworu) aż do uzyskania trwałego ponad 1 godzinę różowego zabarwienia. Całość ogrzewano do wrzenia przez 20 minut z 2 g sproszkowanego węgla aktywowanego. Następnie ciecz przesączono, zobojętniono do wartości $pH=8$ przez dodanie czystego kwasu benzoowego, przesącz odparówano, suchą pozostałość sproszkowano i wysuszono w suszarce w temperaturze $120^{\circ}C$. Otrzymany produkt w ilości 170 g zawierał 99,8% wagowych benzoesanu sodowego,

a jego wodny roztwór nie odbarwiał nadmanganianu potasowego i wykazywał odczyn obojętny.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzyskiwania benzoesanu sodowego z pozostałości podestylacyjnej otrzymanej po oddestylowaniu kwasu benzoowego uzyskanego na drodze utleniania toluenu przez ekstrakcję mieszanin, zawierających kwas benzoowy, wodorotlenkiem sodowym, **znamienny tym**, że rozdrobnioną pozostałość podestylacyjną rozpuszcza się w niewielkim wynoszącym do 5% nadmiarze ługu sodowego o stężeniu 5—40%, następnie doprowadza środowisko do wartości $pH=8$, za pomocą kwasu benzoowego, roztwór sączy się, a przesącz zadaje się 1%-owym wodnym roztworem nadmanganianu potasu w takiej ilości, ażeby roztwór nie ulegał odbarwieniu conajmniej w ciągu 1 godziny, całość ogrzewa się z dodatkiem węgla aktywowanego do wrzenia, przesącza, przesącz doprowadza do wartości $pH=8$ za pomocą kwasu benzoowego, odparówuje, a pozostałość, którą stanowi czysty benzoesan sodowy, rozdrabnia się i suszy.