



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38432

Kl. 12 o, 14

Imperial Chemical Industries Limited

CO7c 63/26

Londyn, Wielka Brytania

Sposób oczyszczania kwasu tereftalowego

Patent trwa od dnia 12 lipca 1954 r.

Pierwszeństwo: 17 lipca 1953 r. (Wielka Brytania)

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania kwasu tereftalowego, a zwłaszcza oczyszczania kwasu tereftalowego zawierającego kwas p-toluilowy.

Przy otrzymywaniu kwasu tereftalowego przez utlenianie związków aromatycznych para-podstawionych, takich jak p-ksylen, wytworzony surowy kwas tereftalowy zawiera małe ilości kwasu p-toluilowego. Całkowite oczyszczenie kwasu tereftalowego przedstawiało dotychczas pewne trudności.

Proponowano, aby mieszaninę kwasu tereftalowego i p-toluilowego zadawać wodą o temperaturze 100°—200°C, a następnie oziębiać do temperatury poniżej 200°C i oddzielać oczyszczony kwas tereftalowy. Stwierdzono, że sposób ten jest długotrwały i uciążliwy ponieważ wymaga użycia dużej ilości wody do oczyszczenia stosunkowo małej ilości kwasu tereftalowego. Powodem tego jest słaba rozpuszczalność kwasu tereftalowego, wynosząca mniej niż 2%.

Sposób według wynalazku oczyszczania surowego kwasu tereftalowego, zawierającego kwas p-toluilowy, polega na ogrzewaniu surowego kwasu tereftalowego z wodą do temperatury 230°—280°C, ostudzeniu otrzymanego roztworu do temperatury nie niższej od 165°C i oddzieleniu kwasu tereftalowego, który wykrystalizowuje. W razie potrzeby można oddzielić kwas p-toluilowy od pozostałego wodnego roztworu za pomocą dalszego oziębienia.

Przy otrzymywaniu kwasu tereftalowego za pomocą utleniania na przykład p-ksylenu, stwierdzono, że produkt zawiera jako zanieczyszczenia kwas p-toluilowy w ilości 5%. Stosując sposób według wynalazku można z takiej mieszaniny otrzymać kwas tereftalowy o bardzo wysokim stopniu czystości i oddzielić całkowicie kwas p-toluilowy. Dalszą zaletą tego sposobu jest to, że otrzymuje się produkt stały, grubokrystaliczny, co ułatwia sączenie i przemycanie.

Stwierdzono, że rozpuszczalność kwasu tereftalowego w wodzie w temperaturze powyżej 200°C zwiększa się nagle. Na przykład w temperaturze 250°C rozpuszczalność kwasu tereftalowego wynosi 13%, a w temperaturze 270°C jest rzędu 25%. Stwierdzono również, że w temperaturze powyżej 165°C kwas p-toluilowy rozpuszcza się całkowicie, to też jest ważną rzeczą, aby w czasie wykrywania kwasu tereftalowego nie oziębiać mieszaniny poniżej 165°C.

Poniżej przytoczony przykład, w którym części są częściami wagowymi, wyjaśnia wynalazek, lecz nie ogranicza jego zakresu.

Przykład. 1 część kwasu tereftalowego, zawierającego 7% kwasu p-toluilowego i 7½ części wody umieszcza się w autoklawie i ogrzewa mieszaninę do temperatury 200°C pod ciśnieniem manometrycznym 13,7 kg/cm², w ciągu 2 godzin. Kwas tereftalowy odsącza się bez oziębiania. Otrzymuje się w ten sposób kwas tereftalowy o czystości zaledwie 96%—97%, wskazujący na to, że w warunkach tych usunięto tylko częściowo kwas p-toluilowy.

1 część surowego kwasu tereftalowego, zawierającego 7% kwasu p-toluilowego i 7½ części wody umieszcza się w autoklawie i ogrzewa mieszaninę do temperatury 260°C pod ciśnieniem manometrycznym 50,9 kg/cm², w ciągu 1 godziny. Mieszaninę oziębia się do 180°C pod ciśnieniem 10,5 kg/cm² i w tych warunkach odsącza krystaliczny kwas tereftalowy. W ten sposób otrzymany kwas tereftalowy wykazuje czystość 99—100%.

Przykład niniejszy przedstawia korzyści osiągnięte przy zastosowaniu sposobu według wynalazku w porównaniu ze sposobami dotychczasowymi.

Sposób według wynalazku daje wielkie korzyści w produkcji handlowej, ponieważ surowy kwas tereftalowy można przerobić stosując małe ilości wody. Jeżeli stosuje się temperaturę rzędu 280°C, potrzeba tylko 3 części wody na 1 część surowego kwasu tereftalowego. Należy podkreślić, że w temperaturze poniżej 200°C i przy rozpuszczalności niższej od 2% wymagany jest do całkowitego rozpuszczenia stosunek 50 części wody na 1 część kwasu tereftalowego, przy czym przy produkcji na dużą skalę potrzebne są masywne naczynia. Ponadto na skutek wysokiego stężenia kwasu w roztworze zwiększa się znacznie łatwość i zdolność krystalizacji kwasu tereftalowego.

Kwas tereftalowy stosowany jest do wytwarzania tereftalanu polietylenowego, poliestru o dużej wartości handlowej, jako materiał do wytwarzania włókna i błon. Zasadniczą rzeczą jest, aby kwas tereftalowy do tych celów posiadał możliwie wysoki stopień czystości.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania kwasu tereftalowego zawierającego kwas p-toluilowy, znamienny tym, że surowy kwas tereftalowy ogrzewa się z wodą do temperatury 230°—280°C, studzi otrzymany roztwór do temperatury nie niższej od 165°C i oddziela wykryształizowany kwas tereftalowy.

Imperial Chemical
Industries Limited

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych