

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUBOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y

P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

74 218

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.10.1971 (P. 151 341)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 23.12.1974

Kl. 12o,14

MKP C07c 69/82

Twórcy wynalazku: Włodzimierz Montewski, Danuta Jazienicka, Zofia Pokorska,
Krystyna Wypych, Anna Adamowicz
Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia
Śląska (Polska)

Sposób odzyskiwania soli kobaltu z roztworu metanolowego pozostałości podestylacyjnej otrzymanej w procesie wytwarzania dwumetylotereftalanu

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzysku kobaltu z pozostałości podestylacyjnej otrzymanej w procesie wytwarzania dwumetylotereftalanu.

Podczas produkcji dwumetylotereftalanu metodą Witten w procesie destylacji surowego estru otrzymuje się pozostałość podestylacyjną zawierającą znaczne ilości soli kobaltu, używanego jako katalizator procesu utleniania powietrzem p-ksylenu i p-toluilu metylu. Dotychczas pozostałość ta jako odpad kierowana była do spalania.

Celem wynalazku było znalezienie sposobu wydzielania niewielkich procentowych ilości kobaltu zawartych w dużej masie bezużytecznych pozostałości podestylacyjnych pochodzących z przemysłowych instalacji procesu wytwarzania dwumetylotereftalanu metodą Witten.

Stwierdzono, że z pozostałości podestylacyjnej rozpuszczonej na gorąco w metanolu można po przepuszczeniu przez złożę z kationitem w sposób ilościowy wyodrębnić kobalt a następnie z odcieku odzyskać metanol przez destylację.

Sposobem według wynalazku pozostałość podestylacyjną z procesu wytwarzania dwumetylotereftalanu zawierającą około 0,1 do 1,5% wagowych związków kobaltu, składającą się ponadto z 7–14% wagowych dwumetylotereftalanu, niewielkiej ilości p-toluiloestru oraz estrów wyżej wrzących związków organicznych, rozpuszcza się na gorąco w temperaturze około 60°C w metanolu. Roztwór zakwasza się kwasami organicznymi, korzystnie octowym lub nieorganicznymi np. kwasem solnym. Zakwaszony roztwór przepuszcza się przez złożę kationitowe, przy czym najczęściej stosuje się kationity składające się z kopolimerów styrenu sulfonowanego dwuwinylobenzenu lub kationity polimetakrylanu oraz poliarylanu posiadające grupy karboksylowe najkorzystniej wofatyt KPS, warion KS i kationit SD oraz wofatyt CP. Proces wymywania prowadzi się na kolumnie w temperaturze 50–80°C, przy czym odbierany po przejściu przez kolumnę roztwór nie zawiera już kobaltu.

Roztwór metanolowy poddaje się procesowi regeneracji metanolu a pozostałość wolną od kobaltu jako balast produkcyjny spala się. Złożę kationitu przemywa się metanolem a następnie eluuje się kobalt przepuszczając przez kolumnę roztwór wodny kwasu octowego lub kwasu solnego, w zależności od rodzaju użytego

kationitu. Roztwór wodny soli kobaltu używa się po zateżeniu w przypadku octanu kobaltu bezpośrednio do procesu utleniania p-ksylenu i para-toluilanu metylu, a w przypadku chlorku do preparacji tłuszczanu lub naftenianu kobaltu, które są używane do katalizowania procesu utleniania.

Przykład I. Na kolumnę zawierającą 100 l kationitu Warion S wprowadza się 25% roztwór metanolu z pozostałości z destylacji surowego estru otrzymanej w produkcji dwumetylotereftalanu. Roztwór jest zakwaszany kwasem solnym w ilości 1 części wagowej na 100 części wagowych roztworu. Kolumnę i roztwór metanolu ogrzewa się do temperatury 65°C. Czas styku 100 l kationitu z 500 l roztworu pozostałości wynosi 0,5 godziny. Następnie kationit przemywa się metanolem i przepuszcza 3 razy eluent w ilości po 50 l, który zawiera 90 części wagowych wody i 10 części wagowych stężonego kwasu solnego. Czas mycia wynosi łącznie 45 minut. Eluaty zbiera się razem i zagęszcza do otrzymania 12% roztworu chlorku kobaltu.

Przykład II. Na kolumnę napełnioną 100 l kationitem Wofatyt CP i ogrzaną do 40°C wprowadza się dołem w sposób ciągły 10% roztwór pozostałości pochodzącej z procesu destylacji surowego estru z instalacji dwumetylotereftalanu wytworzonego metodą Witten, w ilości 5 l na godzinę w ciągu 10 godzin. Z wyciekającego roztworu metanolewego zawierającego śladowe ilości kobaltu odpędza się na wyparce metanol, który zawraca się dla przygotowania świeżego roztworu pozostałości, a pozostałość odprowadza się z procesu. Kolumnę z kationitem przemywa się metanolem i eluuje się kobalt 40% roztworem kwasu octowego. Stężenie kobaltu w eluacie wynosi około 0,2% wagowych kobaltu. Roztwór octanu kobaltu w kwasie octowym zagęszcza się do stężenia około 10% na wyparce i zawraca do procesu utleniania p-ksylenu i toluilo p-estru.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania soli kobaltu z pozostałości podestylacyjnej otrzymanej w procesie wytwarzania dwumetylotereftalanu metodą Witten **znamienny tym**, że z pozostałości rozpuszczonej w metanolu po zakwaszeniu wydobywa się kobalt na kationitach w temperaturze 50–80°C.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kationity z kopolimerów styrenu i dwuwinylobenzenu sulfonowanego oraz polimetakrylan i poliarylan z grupą karboksylową a najlepiej Wofatyt KPS, Warion KS i kationit SD oraz wofatyt CP.