



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202 429

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 04 01 79

(21) PV 122-79

(51) Int. Cl.³ C 07 C 63/08

(40) Zveřejněno 30 04 80

(45) Vydáno 01 06 83

(75)
Autor vynálezu

MALÝ JOSEF ing., PARDUBICE

(54) Způsob výroby benzoanu sodného

1

Vynález se týká způsobu výroby benzoanu sodného neutralizací kyseliny benzoové, vyrobené dekarboxylací anhydridu kyseliny ftalové, hydroxidem sodným.

Dosavadní způsob výroby benzoanu sodného vycházející z anhydridu kyseliny ftalové spočívá v tom, že reakční plyny z dekarboxylace anhydridu kyseliny ftalové jsou absorbovány vodou a získaný roztok kyseliny benzoové se chladí v krystalizátorech. Krystalická kyselina benzoová se odstřeďuje na odstředivkách a nasazuje do neutralizátoru, kde se reakcí s hydroxidem sodným připraví roztok benzoanu sodného, který obsahuje nejméně 0,021 až 0,064 % hmot. volné kyseliny benzoové. Roztok se přečistí klerací za přídavku aktivního uhlí při teplotě 90 až 100 °C. Potom se pevný benzoan sodný oddělí od kapalné fáze, výhodně na sušících válcích. V tom případě se upravuje hustota na požadovanou hodnotu buďto naředěním vodou nebo přídavkem benzoanu sodného. Tato úprava se provádí obvykle ještě před klerací.

Při jiném známém způsobu výroby benzoanu sodného z anhydridu kyseliny ftalové se reakční plyny z dekarboxylace chladí ve válcovitém kondenzátoru se stíranými stěnami, čímž se získá krystalická kyselina benzoová, kterou je opět nutno nasadit k neutralizaci, jak je nahoře uvedeno.

Nyní byl nalžen jednodušší způsob výroby benzoanu sodného z anhydridu kyseliny ftalové, který je předmětem vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se reakční plyny z dekarbo-

202 428

xylace anhydridu kyseliny ftalové obsahující kyselinu benzoovou uvádějí do styku s roztokem benzoanu sodného o hustotě 1,125 až 1,135 g/cm³ při 50 °C a 15 až 25% roztokem hydroxidu sodného až do vzniku vodného roztoku benzoanu sodného s obsahem volné kyseliny benzoové 1,2 až 4,2 % hmot., který se po případné úpravě obsahu volné kyseliny benzoové na hodnotu nejméně 2,4 % hmot. zbaví kyslíčnicku uhličitého zahříváním na teplotu 90 až 100 °C a doneutralizuje se hydroxidem sodným, načež se zpracuje na pevný benzoan sodný.

Tento způsob výroby umožňuje vypustit celou operaci krystalizace a izolace kyseliny benzoové, poněvadž se kyselina benzoová, obsažená v reakčních plynech po dekarboxylaci, převádí přímo na benzoan sodný stykem s roztokem hydroxidu sodného. Tím se výroba velmi zjednodušuje, je investičně i provozně levnější, protože zejména při krystalizaci kyseliny benzoové je třeba vzhledem k její nízké rozpustnosti pracovat s velkými objemy. Toto při způsobu podle vynálezu odpadá.

Další výhodou způsobu podle vynálezu je vyšší výtěžnost benzoanu sodného, vztaheno na použitý anhydrid kyseliny ftalové, neboť odpadají ztráty při krystalizaci a izolaci kyseliny benzoové.

Způsobem podle vynálezu lze pracovat jak diskontinuálně, tak také kontinuálně, jak je dále uvedeno v příkladech provedení.

Příklad 1

Diskontinuální způsob výroby benzoanu sodného: do cirkulačního zásobníku se nasadí 2 200 litrů parního kondenzátu a 462 litrů roztoku NaOH o hustotě 1,48 g/cm³ při 15 °C (cca 45 % hmot.). Čerpadlem se cirkulační absorpční roztok čerpá do hlavy absorpční kolony v množství 3 000 až 5 000 litrů/h. De paty absorpční kolony se uvádějí reakční plyny z dekarboxylace anhydridu kyseliny ftalové, obsahující 55 kg kyseliny benzoové/h. Roztok se cirkuluje, až je dosaženo obsahu volné kyseliny benzoové 2,4 % hmot. Získaný roztok benzoanu sodného se přečerpá k dalšímu obvyklému zpracování. Tímto způsobem se z jedné násady absorpčního roztoku získá 1 020 kg benzoanu sodného, který svou kvalitou odpovídá požadavkům pro použití v potravinářském nebo farmaceutickém průmyslu, případně jako čisté chemikálie.

Dosažená výtěžnost, v přepočtu na použitý anhydrid kyseliny ftalové, je minimálně 94,5 % teorie.

Příklad 2

Kontinuální způsob výroby benzoanu sodného: režim reaktoru na dekarboxylaci anhydridu kyseliny ftalové se stabilizuje na výkon 65 až 85 kg zpracovávaného anhydridu/h.

Reakční plyny z dekarboxylace se přivádějí do absorpční kolony, kde jsou zkrápěny roztokem benzoanu sodného o hustotě 1 130 až 1 135 kg/m³ při 50 °C čerpaným ze zásobníku čerpadlem přes chladič v množství 3 000 až 4 000 litrů/h. Teplota cirkulačního roztoku se chlazením udržuje v rozmezí 72 až 77 °C. Do hlavy absorpční kolony je současně čerpán 20 až 25% vodný roztok NaOH tak, aby roztok benzoanu sodného vystupující z paty kolony do zásobníku obsahoval 1,2 až 2,4 % hmot. nezreagované kyseliny benzoové. Takto vyrobený roztok benzoanu sodného o hustotě 1,130 až 1,135 g/cm³ při 50 °C přepadá do další nádoby.

Pokud roztok benzoanu sodného nedosáhl acidity 2,4 % hmot. volné kyseliny benzoové již v absorpční koloně, upraví se acidita na hodnotu min. 2,4 % hmot. volné kyseliny benzoové přidávkem krystalické kyseliny benzoové. Takto připravený roztok se podle potřeby přečerpává k dalšímu obvyklému zpracování - úprava acidity, odbarvení aktivním uhlím, filtrace a sušení.

Vyrobený benzoan sodný svou kvalitou opět odpovídá ukazatelům požadovaným pro použití v potravinářství, farmacii a jako čisté chemikálie.

Dosahovaná výtěžnost, v přepočtu na anhydrid kyseliny ftalové, je 96,5 % teorie.

Výtěžnost při konvenčním doposud používaném způsobu výroby benzoanu sodného z anhydridu kyseliny ftalové s izolací kyseliny benzoové dosahuje hodnot 88 % teorie, počítáno na nasazený anhydrid kyseliny ftalové.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby benzoanu sodného neutralizací kyseliny benzoové, vyrobené dekarboxylací anhydridu kyseliny ftalové, hydroxidem sodným za vřítky vodného roztoku benzoanu sodného, který se zpracuje na pevný benzoan sodný případnou úpravou acidity a/nebo hustoty, přečištěním klerací za přidavku aktivního uhlí za teploty 90 až 100 °C a oddělením kapalně fáze, vyznačující se tím, že se reakční plyny z dekarboxylace anhydridu kyseliny ftalové, obsahující kyselinu benzoovou uvádějí do styku s roztokem benzoanu sodného o hustotě 1,125 až 1,135 g/cm³ při 50 °C a 15 až 25% roztokem hydroxidu sodného až do vzniku vodného roztoku benzoanu sodného s obsahem volné kyseliny benzoové 1,2 až 4,2 % hmot., který se po případné úpravě obsahu volné kyseliny benzoové na hodnotu nejméně 2,4 % hmot. zbaví kyslíčnicku uhličitého zahříváním na teplotu 90 až 100 °C a doneutralizuje se hydroxidem sodným, načež se zpracuje na pevný benzoan sodný.