

URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55 440

Patent dodatkowy
do patentu _____

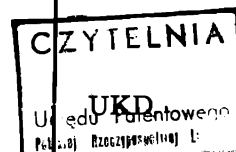
Zgłoszono: 22.VI.1966 (P 115 234)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 12.IV.1968

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c 51/42



Współtwórcy wynalazku: Zdzisław Przybycień, Józef Szparski, Andrzej Tarnowski, Kazimierz Lis, Józef Borowiec, Stanisław Ciborowski, Kazimierz Balcerzak

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów (Polska)

Sposób oczyszczania kwasu adypinowego otrzymywanego z mieszaniny produktów ubocznych utleniania cykloheksanu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania surowego kwasu adypinowego otrzymywanego działaniem kwasu azotowego na mieszaninę produktów ubocznych reakcji utleniania cykloheksanu powietrzem w fazie ciekłej. Mieszanina ta stanowi pozostałość po wydzieleniu cykloheksanu i cykloheksanolu, które są głównymi produktami utleniania cykloheksanu, oraz cykloheksanu, który nie uległ reakcji. Zawiera ona między innymi wolne kwasy dwukarboksylowe oraz ich estry, głównie jednocykloheksylowe. Poddając tę mieszaninę utleniającemu działaniu kwasu azotowego o stężeniu 30—65% wagowych, w temperaturze poniżej 100°C otrzymuje się kwasy dwukarboksylowe, głównie kwas adypinowy, który wykrystalizowuje się z mieszaniny poreakcyjnej jako surowy kwas adypinowy. Surowy kwas adypinowy poddaje się oczyszczaniu przez krystalizację z wody, przy czym po wysuszeniu uzyskuje się produkt zanieczyszczony substancjami smolistymi, o barwie żółtej i nieprzyjemnym zapachu. Kwas taki posiada ograniczone możliwości zastosowania.

Znany sposób oczyszczania kwasu adypinowego, jakim jest wielokrotna krystalizacja z wody nie pozwala na uzyskanie produktu czystego o barwie białej.

Znany jest również sposób oczyszczania surowego kwasu adypinowego przez przekrystalizowanie z kwasu azotowego i przemycie rozpuszczalnika-

2

mi organicznymi np. z niemieckiego opisu patentowego nr 1 143 504.

Inne sposoby oczyszczania, jak na przykład krystalizacja z rozpuszczalników organicznych, są kłopotliwe w zastosowaniu, wymagają dodatkowych urządzeń oraz związane są z dodatkowym zużyciem drogich chemikaliów.

Stwierdzono, że można uzyskać czysty kwas adypinowy, jeżeli surowy kwas adypinowy rozpuszcza się w 45—65% korzystnie 58—65% kwasie azotowym w temperaturze 60—90°C i mieszając utrzymuje temperaturę 65—100°C, korzystnie 85°C w ciągu 0,5—4 godzin, następnie chłodzi, odsącza wykrystalizowany kwas adypinowy, przemywa ługiem pokrystalicznym z następnej, końcowej krystalizacji, ponownie rozpuszcza na gorąco w temperaturze 80—90°C w wodzie lub mieszaninie ługu pokrystalicznego i przesącza z mycia kryształu po końcowej krystalizacji, miesza z pylistym węglem aktywnym w ilości 3—5%, a po odsączeniu węgla na gorąco, oziębia roztwór, odsącza wykrystalizowany produkt, przemywa wodą i suszy znanym sposobem.

Oddzielony po wykrystalizowaniu kwasu adypinowego kwas azotowy zawraca się bez żadnej dodatkowej obróbki do operacji utleniania mieszaniny produktów ubocznych reakcji utleniania cykloheksanu.

Sposób według wynalazku zapewnia wysoki stopień oczyszczenia kwasu adypinowego, umożliwia-

jąc uzyskanie produktu o barwie białej, bez zapachu, nadającego się do bezpośredniego, szerokiego zastosowania na przykład do przeróbki na estry, poliestry itd., eliminując jednocześnie konieczność stosowania wielu kłopotliwych i kosztownych operacji oraz rozbudowy instalacji oczyszczania.

Przykład. 332 g surowego kwasu adypinowego rozpuszczono w 1305 g 58% kwasu azotowego w temperaturze 80°C. Roztwór ogrzewano w temperaturze 85°C przez dwie godziny, a następnie schłodzono do 20°C.

Kryształy kwasu adypinowego odsączono, a następnie przemyto ługiem po końcowej krystalizacji w ilości 316 g. Oddzielony po krystalizacji kwas azotowy, bez żadnej dodatkowej obróbki, skierowano ponownie do procesu utleniania produktów ubocznych kwasem azotowym. Wilgotny kryształ w ilości 288 g rozpuszczono w temperaturze 80°C w ługu pokrystalicznym z końcowej krystalizacji w ilości 322 g zmieszany z przesączem po myciu kryształów z końcowej krystalizacji w ilości 312 g. Do roztworu dodano 12 g węgla pylistego typu N2 i po półgodzinnym mieszaniu odsączono węgiel na gorąco, a następnie oziębiono roztwór

do temperatury 20°C. Odsączono krystaliczny produkt i przemyto 322 g wody. Otrzymano 266 g wilgotnego kwasu adypinowego. Produkt wysuszono znany sposóbem.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania kwasu adypinowego otrzymywanego z mieszaniny produktów ubocznych utleniania cykloheksanu, na drodze krystalizacji z kwasu azotowego, **znamienny tym**, że surowy kwas adypinowy rozpuszcza się w 45—65% korzystnie 58—65% kwasie azotowym w temperaturze 60—90°C i mieszając utrzymuje temperaturę 65—100°C, korzystnie 85°C w ciągu 0,5—4 godzin, następnie chłodzi, odsącza wykrystalizowany kwas adypinowy, przemywa ługiem pokrystalicznym z następnej, końcowej krystalizacji, ponownie rozpuszcza na gorąco w temperaturze 80—90°C w wodzie lub w mieszaninie ługu pokrystalicznego i przesącza z mycia kryształu po końcowej krystalizacji, miesza z pylistym węglem aktywnym w ilości 3—5%, a po odsączeniu węgla na gorąco, oziębia roztwór, odsącza wykrystalizowany produkt, przemywa wodą i suszy znany sposóbem.