



6070 69/82
BIBLIOTEKA

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 38433

Kl. 12 o, 14

Imperial Chemical Industries Limited

Londyn, Wielka Brytania

Sposób oczyszczania tereftalanu bis-(β -hydroksyetylowego)

Patent trwa od dnia 29 października 1954 r.

Pierwszeństwo: 18 listopada 1953 r. (Wielka Brytania)

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania tereftalanu bis — (β — hydroksyetylowego).

Tereftalan — (β -hydroksyetylowy) można otrzymać poddając reakcji kwas tereftalowy z tlenkiem etylenu. Produkt ten ma duże znaczenie, ponieważ przy ogrzewaniu tworzy tereftalan polietylenowy, poliestr o łańcuchu prostym, posiadający dużą wartość handlową jako materiał do wytwarzania włókna. Dawniej natrafiano na trudności w otrzymywaniu tereftalanu bis — (β — hydroksyetylowego) o dostatecznym stopniu czystości, nadającego się do wytwarzania tereftalanu polietylenowego z dobrą wydajnością o dość wysokiej jakości, jako materiału do wytwarzania włókna i błon, zwłaszcza ze względu na kolor.

Sposób według wynalazku oczyszczania tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) polega na traktowaniu wodnego roztworu tego tereftalanu tiosiarczanem sodowym i na wyosobnieniu z tego

roztworu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego).

Korzystnie jest prowadzić reakcję przy pH=7 lub około 7, w celu uniknięcia z jednej strony rozkładu tiosiarczanu sodowego pod wpływem kwasu, a z drugiej strony — hydrolizy tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego), której szybkość wzrasta ze zwiększaniem się zasadowości roztworu. W celu uzyskania wartości pH = 7 roztworu należy dodawać do wodnego roztworu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) substancji alkalicznej, przy czym stwierdzono, że wskazane jest dodawać jej w małym nadmiarze. Z pośród substancji zasadowych, które można zastosować, takich jak wodorotlenki, węglany, dwuwęglany i sole słabych kwasów, najlepsze są umiarkowanie rozpuszczalne węglany. Najprzydatniejszym z nich jest węglan wapniowy ze względu na swoją tanią i dostępność.

Ilość potrzebnej wody nie jest ściśle określona, lecz dogodnie jest stosować 3 — 10 części wagowych wody na 1 część tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego). Wymaganą ilość tiosiarczanu sodowego można określić dodając tiosiarczanu sodowego do roztworu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) w czasie mieszania, tak długo aż kropla roztworu wyjęta szybko i zmieszana z kroplą około 0,1%-go roztworu wodnego błękitu metylenowego spowoduje odbarwienie tegoż.

W celu zmniejszenia strat tiosiarczanu w reakcjach ubocznych, zwiększających się ze wzrostem temperatury, najkorzystniej jest utrzymać temperaturę reakcji niską, jednakże taką, w której cały tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) znajduje się jeszcze w stanie roztworu.

Po ukończonej reakcji należy usunąć nadmiar tiosiarczanu sodowego oraz wszelkie produkty rozkładu, najlepiej przez przemycanie wodą.

Wynalazek przedstawiono w niżej podanych przykładach, nie ograniczających jego zakresu. Podane w przykładach części są częściami wagowymi.

Przykład I. 326 g tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) rozpuszcza się w 762 g wody, mieszając i ogrzewając do temperatury 70°C.

Po całkowitym rozpuszczeniu dodaje się węglanu wapniowego w ilości dwa razy większej, niż potrzebna do zobojętnienia wszystkich obecnych kwasów. Otrzymaną mieszaninę oziębia się, mieszając, do temperatury około 55°C i dodaje stopniowo tiosiarczanu sodowego tak długo, aż kropla cieczy zmieszana z kroplą 0,1%-go wodnego roztworu błękitu metylenowego odbarwi go. Części stałe usuwa się przez odsączenie na ciepło i przezroczysty przesącz oziębia do temperatury około 20°C. Wykryształizowany tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) odsącza się i przemycwa wodą.

Przykład II. 600 g tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) rozpuszcza się w 2400 g wody, mieszając i ogrzewając do temperatury 70°C. Po całkowitym rozpuszczeniu dodaje się stopniowo rozcieżnionego 5%-go roztworu wodorotlenku amonowego dopóki pH roztworu nie podniesie się do 7. Następnie dodaje się dodatkową ilość roztworu wodorotlenku amonowego, równą ilości już dodanej. Otrzymany roztwór oziębia się do temperatury 55°C i dodaje stopniowo tiosiarczanu sodowego tak długo, aż kropla cieczy zmieszana z kroplą wodnego roztworu błękitu

metylenowego wywoła jego odbarwienie. Następnie roztwór oziębia się do temperatury około 20°C.

Wykryształizowany tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) odsącza się i przemycwa wodą.

W razie potrzeby można tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) dalej oczyszczać przekryształizowując go jeszcze raz lub kilkakrotnie w obecności odbarwiającego węgla drzewnego, jak podano w poniższym przykładzie.

Przykład III. Tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy), otrzymany sposobem według przykładu I, rozpuszcza się w wodzie ogrzewając do temperatury 70°C do uzyskania 10%-go roztworu. Następnie dodaje się 8 g odbarwiającego węgla drzewnego, mieszaninę miesza w ciągu 30 minut w temperaturze 70°C i węgiel drzewny usuwa przez odsączenie. Traktowanie węglem odbarwiającym powtarza się i końcowy, przezroczysty roztwór oziębia do temperatury około 20°C. 214 g tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) wykryształizowanego odsącza się, przemycwa wodą i suszy.

Stosowanie sposobu według wynalazku jest zwłaszcza korzystne przy oczyszczaniu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) otrzymanego z kwasu tereftalowego, który został wytworzony przez utlenianie kwasem azotowym podstawionych związków aromatycznych, np. p-ksylenu.

Stosując sposób według wynalazku otrzymuje się tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) o wysokim stopniu czystości i bardzo dobrym kolorze. Otrzymany z niego tereftalan polietylenowy posiada również wysoki stopień czystości i przy przerobie na mici, włókna i błony daje produkty o bardzo dobrym kolorze.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego), znamienny tym, że jego wodny roztwór zadaje się tiosiarczanem sodowym i wydziela z niego tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy).
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że traktowanie odbywa się przy pH = 7 lub około 7.
3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tym, że w celu uzyskania żądanej wartości pH dodaje się wodnego roztworu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) substancji alkalicznych.
4. Sposób według zastrz. 3, znamienny tym, że jako substancję alkaliczną stosuje się węglan wapniowy.

5. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tym, że do wodnego roztworu tereftalanu bis — (β -hydroksyetylowego) dodaje się tiosiarczanu sodowego aż kropla roztworu szybko wyjęta i zmieszana z kroplą 1%-go wodnego roztworu błękitu metylenowego spowoduje jego odbarwienie.
6. Sposób według zastrz. 1—5, znamienny tym, że podczas traktowania utrzymuje się temperaturę możliwie najniższą, w której jednak cały tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) znajduje się jeszcze w stanie roztworu.
7. Sposób według zastrz. 1—6, znamienny tym, że otrzymany tereftalan bis — (β -hydroksy-

etylowy) przekrystalizowuje się dodatkowo w obecności odbarwiającego węgla drzewnego.

8. Sposób według zastrz. 1—7, znamienny tym, że stosuje się tereftalan bis — (β -hydroksyetylowy) otrzymany z kwasu tereftalowego wytworzonego przez utlenienie kwasem azotowym podstawionego związku aromatycznego.

Imperial Chemical
Industries Limited

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych