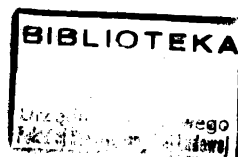




COAc 79/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43859

Kl. 12 o, 4

Instytut Chemii Ogólnej *)

Warszawa, Polska

Sposób rafinowania piżma ksylenowego

Patent trwa od dnia 21 lipca 1959 r.

Otrzymane drogą nitrowania butylo-meta-ksylenu piżma ksylenowe zawiera jako zanieczyszczenia pewną ilość trójnitroksylenu, który obniża punkt topliwości i nie daje się usunąć nawet przez kilkakrotną krystalizację z alkoholu.

Według znanego dotychczas sposobu piżma rafinowano przez krystalizację z benzenu, a następnie z alkoholu. Sposób ten wykazywał szereg niedogodności.

Przedewszystkim benzen oprócz piżma rozpuszcza również trójnitroksylen. Powoduje to trudności w procesie krystalizacji i obniża wydajność piżma. Praktycznie biorąc wydajność krystalizacji z benzenu nie przekracza 50 %. Rozpuszczalność piżma w benzenie jest bardzo wysoka tak, że w temperaturze około 80°, w której piżmo jest rozpuszczane, należy stosować małe ilości rozpuszczalnika w stosunku do

piżma np. 1 : 1. To z kolei powoduje dalsze niedogodności, a mianowicie w temperaturze krystalizacji około 20° pozostaje w roztworze jeszcze duża ilość piżma, dalsze zaś obniżanie temperatury nie jest możliwe, gdyż benzen krzepnie w temperaturze około 5°. Ponadto zagęszczenie kryształów piżma w małej ilości ługu pokryształacyjnego utrudnia oddzielenie kryształów piżma od zanieczyszczeń. Przy przemycaniu zaś benzenem kryształów piżma na sączku, części piżma z powrotem rozpuszczają się, co powoduje dalsze jego straty.

W sposobie według wynalazku rafinowane piżmo otrzymuje się drogą krystalizacji z benzyny ekstrakcyjnej. Benzyna jest rozpuszczalnikiem selektywnym, który rozpuszcza piżmo, a zupełnie nie rozpuszcza trójnitroksylenu. Umożliwia to otrzymanie dobrej wydajności piżma (około 95 %). Piżmo rozpuszcza się w benzynie w temperaturze około 80°, przy czym należy brać benzyny w stosunku 10 : 1. Masa krystalizacyjna nie jest wskutek tego

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest doc. mgr inż Włodzimierz Daniewski.

zbyt gęsta, co ułatwia oddzielenie piżma od ługu pokryształizacyjnego. Piżmo wykryształizowane z benzyny posiada temperaturę topnienia 113° i wystarcza jeden raz przekryształizować go z alkoholu, by otrzymać produkt zapachowo czysty.

Przykład. 145 g surowego piżma ksylenowego rozpuszcza się w temperaturze 70° w 450 ml benzyny ekstrakcyjnej i dekantuje znad osadu. Po oziębieniu roztworu kryształizuje czyste piżmo, które odsącza się i po wysuszeniu

kryształizuje z 1 l alkoholu. Otrzymuje się 120 g piżma o temperaturze topnienia 113 — 114°.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób rafinowania piżma ksylenowego otrzymanego drogą nitrowania butylo-metaksylenu, znamienny tym, że piżmo kryształizuje się najpierw z benzyny ekstrakcyjnej, a następnie jednorazowo z alkoholu.

Istytut Chemii Ogólnej
Zastępca: mgr Wanda Żmigrodzka
rzecznik patentowy