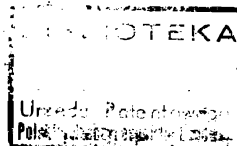


C 07c 69/80



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 39480

Kl. 12 o, 11

Zakłady Przemysłu Azotowego*)

Kędzierzyn, Polska

Sposób otrzymywania estrów kwasu ftalowego, zwłaszcza ftalanu dwubutyłowego oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu

Patent trwa od dnia 23 sierpnia 1955 r.

Estry kwasu ftalowego, zwłaszcza ftalanu dwubutyłowy są obecnie otrzymywane bez katalizatora przez bezpośrednią reakcję bezwodnika ftalowego i odpowiednich alkoholi pod ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze.

Otrzymywanie ftalanu dwubutyłowego prowadzi się do chwili wytworzenia estru o liczbie kwasowej około 0,4—0,6 przy czym na końcu estyfikacji ustala się temperatura około 260°C i ciśnienie 6—8 atm. Butanol będący w nadmiarze zostaje oddestylowany drogą rozprężania i następnie odpędzania pod próżnią.

Otrzymany surowy ester posiada barwę ciemną żółtą często nawet brunatną, zawiera szereg zanieczyszczeń mechanicznych i posiada, jak zaznaczono, liczbę kwasową około 0,4—0,6. W celu otrzymania produktu o właściwościach odpowiadających normie (np. polskiej PN/c 83013

lub radzieckiej GO-ST — 3863/47) przewidującej dla ftalanu dwubutyłowego liczbę kwasową poniżej 0,2, bezbarwności oraz brak zanieczyszczeń, surowy ester poddawany jest dalszej przeróbce, polegającej na odbarwieniu, odkwaszeniu i oddzieleniu od mechanicznych zanieczyszczeń. Podobnej przeróbce poddawane są inne estry kwasu ftalowego. Dotychczas stosowane sposoby odkwaszania estrów polegały na zastosowaniu węglanu sodowego, wodorotlenku sodowego lub frakcjonowanej destylacji wysokopróżniowej, a sposoby odbarwiania estrów na zastosowaniu ziemi bielącej, nadmanganianu potasu, wody utlenionej, węgla aktywnego w luźnej postaci w temperaturze poniżej 100°C oraz na zastosowaniu destylacji wysokopróżniowej.

Odkwaszanie surowego ftalanu dwubutyłowego węglanem sodowym, zadawanie węglem aktywnym i następnie oddzielanie na prasie filtracyjnej daje produkt zabarwiony, a prowadzenie destylacji próżniowej wymaga skomplikowanej i trudnej do obsługi aparatury. Poza tym oba

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są Roman Jałocha i Henryk Potyrała.

wymienione sposoby otrzymywania estru charakteryzują się długim cyklem produkcyjnym.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania estrów kwasu ftalowego, zwłaszcza ftalanu dwubutyłowego, w którym surowy ester ogrzany do temperatury powyżej 150°C jest przepuszczany przez dość grubą ubitą warstwę węgla aktywnego, przy czym produkt ulega odkwaszaniu tym silniej, im wyższa jest jego temperatura. Równocześnie ulega on odbarwieniu, gdyż jak stwierdzono, usunięcie z produktu substancji nadających zabarwienie jest równoznaczne z obniżeniem liczby kwasowej. Surowy ester przepuszczany przez warstwę węgla aktywnego może zawierać nieprzereagowany alkohol z procesu estryfikacji, który ze względu na jego dużą lotność można łatwo odpędzić.

Filtrowanie przez warstwę węgla aktywnego najlepiej prowadzi się pod ciśnieniem, co znacznie zwiększa szybkość operacji.

Zasadniczą cechą sposobu według wynalazku jest w odróżnieniu od znanych metod, przepuszczenie przez węgiel aktywny estru ogrzanego do wysokiej temperatury.

Sposobem według wynalazku ftalan dwubutyłowy, otrzymany przez estryfikację bez katalizatora i posiadający w końcowej fazie tej reakcji temperaturę około 250°C i ciśnienie 6—8 atmosfer kieruje się wraz z nieprzereagowanym butanolem do filtra ciśnieniowego, na warstwę węgla aktywnego, pod którą wytworzona jest próżnia.

Czynnikiem powodującym przejście ftalanu przez warstwę węgla aktywnego jest z jednej strony ciśnienie słupa cieczy w estryfikatorze i ciśnienie par nieprzereagowanego butanolu, a z drugiej strony próżnia pod tą warstwą.

Surowy ester jest rozpylany na warstwę węgla aktywnego, w celu zabezpieczenia tej warstwy przed naruszeniem.

W zbiorniku, do którego spływa przefiltrowany ester następuje odparowanie nieprzereagowane-

go butanolu. Otrzymany produkt jest bezbarwny, pozbawiony zanieczyszczeń mechanicznych i odkwaszony do liczby kwasowej poniżej 0,01. Urządzenie do otrzymywania ftalanu dwubutyłowego jest przedstawione na załączonym rysunku. Posiada on reaktor 1, w którym zachodzi estryfikacja. Reaktor 1 jest połączony z filtrem 2 ciśnieniowym, wypełnionym warstwą węgla aktywnego. Filtr 2 posiada odpływ doprowadzony do zbiornika 3 połączonego z pompą próżniową, w którym zachodzi odparowanie nadmiernego butanolu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania estrów kwasu ftalowego, zwłaszcza ftalanu dwubutyłowego przez estryfikację bez katalizatora, znamienny tym, że surowy produkt estryfikacji o temperaturze powyżej 150°C przepuszcza się, najlepiej pod ciśnieniem, przez warstwę węgla aktywnego.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że surowy ester posiadający temperaturę około 250°C i pozostający pod ciśnieniem około 6—8 atm. kieruje się bezpośrednio na warstwę węgla aktywnego, pod którą wytworzona jest próżnia, po czym nadmiar butanolu z filtratu odpędza się.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że surowy produkt estryfikacji rozpróżnia się na warstwę węgla w postaci równomiernego natrysku.
4. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1—3, znamienne tym, że posiada reaktor (1), połączony z filtrem (2) ciśnieniowym, wypełnionym warstwą węgla aktywnego, przy czym filtr (2) posiada odpływ doprowadzany do zbiornika (3), połączzonego z pompą próżniową.

Zakłady Przemysłu Azotowego

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

