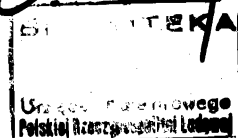




C07c 63/26



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37691

Kl. 12 o, 14

Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych *)

Gorzów Wielkopolski, Polska

Sposób otrzymywania kwasu tereftalowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 11 stycznia 1954 r.

Kwas tereftalowy, podstawowy produkt do otrzymywania włókna poliestrowego, może być, jak wiadomo, otrzymywany licznymi metodami.

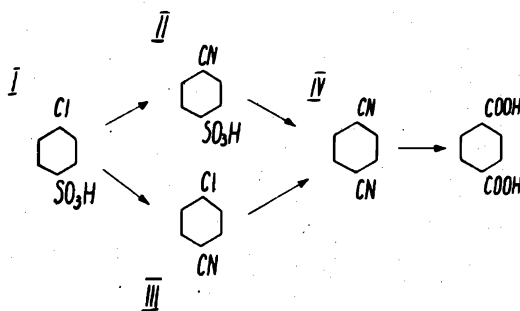
Do najbardziej rozpowszechnionych należą:

1. Utlenianie p-ksylenu.
2. Utlenianie p-cymenu.
3. Chlorometylowanie benzenu lub toluenu i następna hydroliza i utlenianie otrzymanych produktów.

Wszystkie te metody w stosowaniu na wielką skalę odznaczają się poważnymi trudnościami wskutek czego koszty wytwarzania kwasu tereftalowego są znane.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania kwasu tereftalowego z chlorobenzenu — łatwo dostępnego i taniego produktu wielkiego przemysłu organicznego. Jak wiadomo, działając na

chlorobenzen kwasem siarkowym otrzymać można z dobrą wydajnością (90% i wyżej) kwas p-chlorobenzenosulfonowy (I).



Działając np. na sól sodową (lub innego metalu) tego kwasu cyjankami alkaliów można zależnie od warunków reakcji zastąpić, bądź chlor grupą CN (II), bądź grupą sulfonową ($-SO_3H$) grupą CN (III). Otrzymane w ten sposób produkty można

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Wiktor Albrecht, Maria Grzybowska i Jerzy Lewiński.

przeprowadzić w dwunitryl kwasu tereftalowego (IV), zastępując pozostały podstawnik grupą cyjanową.

Stwierdzono, że przez stapianie w temperaturze 200—380° C soli alkalicznych lub ziem alkalicznych kwasu p-chlorobenzenosulfonowego z mieszaniną cyjanów alkalicznych, ziem cyjanów alkalicznych i cyjanów metali ciężkich np. Cu, Fe, Zn, HgAg, jako katalizatorów, można w jednej operacji wprowadzić do pierścienia dwie grupy cyjanowe w miejsce chloru i reszty — SO₃H. Szczególnie korzystne działanie (jako katalizator, wywiera cyjanek miedziawy Cu₂(CN)₂.

Utworzony dwunitryl kwasu tereftalowego jest lotny w temperaturze reakcji (250—350° C), co ułatwia jego wydzielenie z mieszaniny poreakcyjnej — przez sublimację.

Hydroliza dwunitrylu na kwas tereftalowy przebiega łatwo przez ogrzewanie z wodnymi roztworami alkaliów np. NaOH, Ca(OH)₂ itd. Z otrzymanych roztworów wydzielić można wolny kwas tereftalowy przez zakwaszenie kwasem mineralnym.

Przykład I. Dokładnie sproszkowaną mieszaninę 35 g p-chlorobenzenosulfonianu sodu, 28 g cyjanku potasu i 3 g cyjanku miedziawego ogrzewa się w retorcie w łaźni saletrowej do temperatury 300—350° C w ciągu 10 godzin. Wytworzony dwunitryl kwasu tereftalowego w ilości 6—7 g osadza się na ściankach rurki odprowadzającej. Przez 30 minutowe ogrzanie go ze 60 ml 8%-go ługu sodowego i następne zakwaszenie kwasem solnym do pH=2 otrzymuje się kwas tereftalowy, który po odsączeniu przemycza się

wodą i suszy. Wydajność 7—8 g = kwasu tereftalowego (35% teorii).

Przykład II. Dokładnie sproszkowaną mieszaninę 35 g p-chlorobenzenosulfonianu sodu, 15 g cyjanku potasu, 12 g cyjanku wapnia i 3 g cyjanku miedziawego ogrzewa się jak w przykładzie I do temperatury 280—300° C w ciągu 8—10 godzin. Stop poreakcyjny proszkuje się, ekstrahuje 50 g toluenu i otrzymany roztwór ogrzewa się mieszając z 60 ml 16%-go ługu sodowego do temperatury 90° C w ciągu 1 godziny. Dolną warstwę zakwasza się kwasem siarkowym do pH=2—2,5 i wydziela kwas tereftalowy, jak w przykładzie I. Wydajność 56%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kwasu tereftalowego z soli kwasu p-chlorobenzenosulfonowego, znamienny tym, że sól kwasu p-chlorobenzenosulfonowego stapia się z mieszaniną cyjanów metali ciężkich i cyjanów alkalicznych lub cyjanów ziem alkalicznych, po czym otrzymany produkt poddaje się hydrolizie za pomocą alkali i wydziela kwas tereftalowy w znany sposób.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stapianie przeprowadza się w obecności cyjanów (Fe, Zn, Cu, Ag, Hg).
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że stapianie przeprowadza się w temperaturze 200—380° C.

Instytut Włókien Sztucznych
i Syntetycznych

