



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43077

Kl. 12-0, 14

Instytut Chemii Ogólnej*)

Warszawa, Polska

Sposób wydzielenia kwasu benzoowego z surowego produktu utleniania toluenu

Patent trwa od dnia 23 marca 1959 r.

Najekonomiczniejszą metodą syntezy kwasu benzoowego jest otrzymywanie z toluenu przez utlenianie powietrzem. Proces ten w skali przemysłowej prowadzi się w temperaturze 130 — 150°C pod ciśnieniem paru atmosfer, w obecności katalizatorów, głównie naftenianu kobaltu. Surowy produkt reakcji zawiera, poza toluenem, który nie przereagował do 50% kwasu benzoowego, nieco benzaldehydu, benzoosan benzylu, wodę, katalizator i inne substancje o nieokreślonym bliżej składzie.

W przemyśle stosuje się szereg metod wydzielenia kwasu benzoowego z tego produktu. Najważniejsze z nich są dwie: Pierwsza polega na zobojętnianiu produktu roztworem wodnym sody. Całość rozdziela się na warstwę górną, organiczną, którą zwraca się do utleniania po ewentualnym oddzieleniu benzaldehydu i estru oraz warstwę wodną, zawierającą benzoosan sodowy. Przez zakwaszenie kwasem solnym lub siarkowym wydziela się kwas ben-

zoowy. Otrzymany w ten sposób kwas benzoowy jest zanieczyszczony i bez dalszego oczyszczania nie nadaje się jako surowiec dla przemysłu farmaceutycznego.

Wadą tego sposobu jest duże zużycie sody i kwasu solnego lub siarkowego.

Druga metoda polega na oddestylowaniu z produktu reakcji toluenu i poddaniu pozostałości estryfikacji metanolem. Produkt estryfikacji, zawierający głównie benzoosan metylu rektyfikuje się pod próżnią, rektyfikat zmydla się ługiem i wydziela kwas benzoowy przez zakwaszenie produktu zmydlania. Otrzymuje się kwas o czystości farmaceutycznej.

Ta metoda oczyszczania kwasu benzoowego jest kosztowna ze względu na dużą ilość operacji i duże zużycie dodatkowych chemikaliów (metanol, ług, kwas).

Najprostszy i najtańszy sposób, polegający na metodach destylacyjnych nie jest w skali przemysłowej stosowany, gdyż wiąże się on z szeregiem trudności, których dotychczas nie umiano pokonać. Największa trudność związana jest z niską prężnością pary kwasu benzo-

*) Właściciel patentu oświadczył, iż twórcą wynalazku jest Stanisław Ciborowski.

sowego, wskutek czego przy zwykłej destylacji z parą wodną zawartość kwasu benzooesowego w parach wynosi zaledwie około 1%. Wiąże się to z tak wysokim zużyciem pary, że metoda w skali technicznej jest nieopłacalna.

Sposób wydzielania kwasu benzooesowego z surowego produktu utleniania toluenu stanowiący przedmiot wynalazku nie posiada wyżej omówionych wad, w szczególności nie wymaga stosowania znacznych ilości pary ani chemikali, przy czym umożliwia otrzymywanie kwasu benzooesowego o czystości farmakopealnej.

Sposób według wynalazku polega na destylacji kwasu benzooesowego z przegrzaną parą wodną jako nośnikiem gazowym, oraz na wykorzystaniu entalpii par w procesie krystalizacji. W tym celu z surowego produktu reakcji utleniania toluenu oddestylowuje się pod ciśnieniem atmosferycznym 90—95% zawartego w nim toluenu. Gdy temperatura w kubie destylatora osiągnie 140°C destylację kontynuuje się z parą wodną, doprowadzając parę do cieczy w kubie.

Po oddestylowaniu reszty toluenu jako azeotropu z wodą podnosi się temperaturę w kubie i oddestylowuje z parą wodną benzaldehyd.

Właściwy proces wydzielania kwasu benzooesowego prowadzi się w ten sposób, że na dno kuba wprowadza się parę wodną o dowolnym ciśnieniu i temperaturze, zaś zawartość cieczy w kubie ogrzewa się za pomocą wężownicy grzejnej lub poprzez ścianki aparatu do takiej temperatury, aby temperatura wychodzących z destylatora par wynosiła około 160°C. W warunkach tych para odgrywa rolę gazu nieskrapającego się, a więc np. taką rolę, jaką odgry-

wa powietrze w procesach sublimacji z nośnikiem gazowym.

Wychodząc z reaktora pary zawierają około 20% wagowych kwasu benzooesowego i około 80% wagowych wody. Pary te pochłania się w odbieralniku, do którego stale wprowadza się ług pokrystaliczny z poprzedniej szarży z taką szybkością, aby temperatura roztworu wynosiła 95°C. Po oddestylowaniu 90—95% zawartego w kubie destylatora kwasu benzooesowego do krystalizatora dodaje się pewną ilość wody, aby temperatura roztworu spadła do 80°C, następnie roztwór ochładza się, przy czym krystalizuje kwas benzooesowy. Ilość roztworu powinna wynosić 30—35 kg na 1 kg kwasu benzooesowego.

Po odsączeniu i wysuszeniu otrzymuje się kwas benzooesowy o czystości farmakopealnej (co najmniej 99,5% C_6H_5COOH). Wyższą czystość uzyskać można stosując odbarwienie roztworu węglem aktywnym przed krystalizacją.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania kwasu benzooesowego z surowego produktu utleniania toluenu powietrzem, znamienny tym, że kwas, benzooesowy destyluje się w temperaturze powyżej 140° z przegrzaną parą wodną jako nośnikiem gazowym.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że pary kwasu benzooesowego i wody pochłania się bezpośrednio w ługu pokrystalicznym z poprzedniej szarży, z którego następnie wykrystalizowuje się kwas.

Instytut Chemii Ogólnej