

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48 260

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 22. XII. 1962 (P 100 378)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15. VI. 1964

Kl. 12 o 14

MKP C 07 c

63/16

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku.

i
właściciele patentu:

Zygmunt Eckstein, Warszawa (Polska)
Edward Grochowski, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania kwasów ftalowych z ksylenów

1

Z pośród wielu związków używanych do otrzymywania kwasów ftalowych ksyleny są najbardziej dostępnym i tanim surowcem. Techniczny ksylen zawierający około 60% izomeru meta jest podstawowym surowcem dla otrzymywania kwasu izoftalowego. Znanych jest wiele metod utleniania ksylenów, np: dwuchromianem sodowym lub potasowym w stężonym kwasie siarkowym (R. Fitting, J. Velguth Ann., 148, 11; R. Fitting Ann., 153, 269 R. Fitting Ann., 136, 311), nadmanganianem potasowym w środowisku alkalicznym (F. Ullman, J. B. Uzbachin Ber., 36, 1798). Wymagają one jednak wielogodzinnego prowadzenia reakcji, a otrzymywane wydajności są niskie. Literatura patentowa podaje jako metodę otrzymywania kwasów ftalowych utlenianie ksylenów kwasem azotowym (brytyjskie opisy patentowe nr nr 662139, 662229), siarczanem manganowym w 60%-owym kwasie siarkowym (amerykański opis patentowy nr 2462050), powietrzem lub innym gazem zawierającym tlen używając soli kobaltu jako katalizatorów (brytyjski opis patentowy nr 623836), przy podwyższonym ciśnieniu z tlenkami metali jako katalizatorami (amerykańskie opisy patentowe nr nr 2552267, 2552268, 2552278), w wysokich ciśnieniach w fazie ciekłej z tlenkami metali ciężkich jako katalizatorami (amerykański opis patentowy nr 1815985), powietrzem lub innym gazem zawierającym tlen przy wysokich ciśnieniach w obecności alkali (niemiecki opis patentowy nr 364442), katalityczne

2

utlenianie w fazie gazowej (brytyjski opis patentowy nr 665976).

Sposób według wynalazku polega na utlenianiu ksylenów dwuchromianem sodowym lub potasowym w roztworze wodnym w temperaturze 200—300° i przy ciśnieniu 15—100 atm. W warunkach tych zachodzi reakcja przedstawiona na rysunku. Me we wzorach oznacza Na lub K.

Czas reakcji potrzebny dla osiągnięcia wydajności 55—60% przy użyciu stechiometrycznej ilości dwuchromianu w zależności od temperatury wynosi od trzech do dziewięciu godzin. Odliczając zregenerowany ksylen, wydajności w stosunku do zużytego ksylenu wynoszą w tych warunkach 75—80% wydajności teoretycznej. W reakcji tej otrzymuje się ubocznie tlenek chromowy (Cr_2O_3) z wydajnością około 85—90% w stosunku do użytego dwuchromianu, który jest cennym surowcem do wyrobu szkła kolorowych, polew, jako pigment do farb i lakierów. Tlenek chromowy może być również w łatwy sposób utleniony do dwuchromianu. Utlenianie ksylenów do kwasów ftalowych jest reakcją egzotermiczną z tego względu koniecznym jest powolne ogrzewanie mieszaniny reakcyjnej szczególnie powyżej 240°. Temperaturę 280° należy przekraczać nie wcześniej niż po dwóch godzinach.

Przykład. W autoklawie o pojemności 1 litra umieszczono 600 g dwuchromianu sodowego, 600 ml wody i 100 g ksylenu. W ciągu dwóch godzin do-

prowadzono temperaturę do 280°, a następnie przez trzy godziny utrzymywano ją w granicach 280—290°. Przez cały czas ogrzewania zawartość autoklawu była mieszana. Po schłodzeniu autoklawu zawartość jego wylano do trzech litrów wody i oddzielono warstwę nieprzereagowanego ksylenu. Z warstwy wodnej odsączono tlenek chromowy i przemyto wodą. Przesącz wodny zakwaszono kwasem siarkowym, a wytrącony kwas ftalowy odsączono i suszono.

Biorąc do reakcji czysty izomer meta otrzymano z reakcji kwas izoftalowy o temperaturze topnienia 338—342° z wydajnością 80% w stosunku do zużytego ksylenu. Gdy do reakcji zastosowano p-ksylen otrzymano kwas tereftalowy o temperaturze top-

nienia powyżej 360° z wydajnością 78% w stosunku do zużytego ksylenu. Używając do reakcji techniczny ksylen o zawartości 60% izomeru meta otrzymano kwas izoftalowy o temperaturze topnienia 320—330°, a więc o parametrach przyjętych w przemyśle.

Zastrzeżenie patentowe

- 10 Sposób wytwarzania kwasów ftalowych z ksyle-
nów drogą utleniania dwuchromianem sodowym
lub potasowym, znamienny tym, że ksyleny pod-
daje się utlenianiu roztworem wodnym dwuchro-
mianu sodowego lub potasowego w temperaturze
15 200—300° i ciśnieniu 15—100 atm.

