



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42609

Kl. 12 o, 11

Zakłady Przemysłu Azotowego „Kędzierzyn”

Kędzierzyn, Polska

Sposób usuwania nadmiaru alkoholu z estrów o wysokiej temperaturze wrzenia

Patent trwa od dnia 12 czerwca 1958 r.

Estry o wysokiej temperaturze wrzenia, np. estry kwasu ftalowego, maleinowego, sebacynowego itd. ocenia się na podstawie temperatury zapołu, której wysokość świadczy o usunięciu wolnego alkoholu, na podstawie liczby kwasowej, która powinna być jak najniższa oraz na podstawie barwy, która powinna być jak najjaśniejsza. W celu osiągnięcia niskiej liczby kwasowej stosuje się do estryfikacji duży nadmiar alkoholu.

Nadmiar ten usuwa się znanym sposobem przez oddestylowywanie pod zmniejszonym ciśnieniem. W celu całkowitego odpędzenia alkoholu należy w końcowej fazie destylacji stosować temperaturę powyżej 170°C, nawet przy użyciu najwyższej próżni osiągalnej praktycznie w urządzeniach przemysłowych.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Tadeusz Wojtowicz i inż. Stanisław Kocierz.

W tak wysokiej temperaturze estry ulegają rozkładowi termicznemu, przy czym wzrasta liczba kwasowa i produkt ciemnieje. Z tego względu usuwanie resztek alkoholu należy przerywać przed osiągnięciem temperatury wywołującej rozkład estrów, nie otrzymując wskutek tego estrów o wysokiej temperaturze zapłonu albo odpędzając alkohol dalej, należy stosować następnie dodatkowe zabiegi w celu usunięcia ciemnego zabarwienia estrów i wolnego kwasu. Odbarwienie przeprowadza się np. drogą absorpcji. Kwas usuwa się przez przemywanie alkaliami. Pod wpływem alkaliów łatwo zachodzi hydroliza estru i zjawia się ponownie wolny alkohol obniżając osiągniętą poprzednio wysoką temperaturę zapłonu.

Wynalazek usuwa te niedogodności dostarczając sposobu usuwania nadmiaru alkoholu bez narażania estru na rozkład. W tym celu odpędza się znaczną część alkoholu znanym sposobem w temperaturze nie wywołującej rozkładu

estru, a pozostały alkohol poddaje się działaniu środka utleniającego, szczególnie wodnego roztworu nadmanganianu potasowego, stosowanego w niewielkim nadmiarze. Po przeprowadzeniu alkoholu w odpowiedni aldehyd lub keton, masę reakcyjną zadaje się roztworem siarczynu, który redukuje nadmiar środka utleniającego i wiąże w znany sposób związki karbonylowe tworząc z nimi połączenia stałe. Jak stwierdzono, ester w czasie tych reakcji nie ulega dostroczalnym zmianom. Po oddzieleniu od fazy wodnej i ewentualnym przesączeniu oraz osuszeniu posiada znacznie wyższą temperaturę zapłonu i niezmienną liczbę kwasową. Stwierdzono przy tym, że działanie utleniające daje również efekt bielący.

Przykład: 900 kg bezwodnika ftalowego i 2400 kg oktanolu poddaje się estryfikacji stosując 660 kg toluenu jako obiegowego środka odwadniającego i 9 kg kwasu benzenosulfonowego jako katalizatora. Po przemyciu wodą, roztworem sody i ponownie wodą oraz po starannym oddzieleniu fazy wodnej, ester poddaje się ogrzewaniu pod ciśnieniem 25—30 mm Hg odpędzając wodę z toluenem i nadmiar oktanolu. Odpędzanie przerywa się przy dojściu do temperatury 170°C. Ester wykazuje wówczas temperaturę zapłonu 160°C.

Otrzymany produkt w temperaturze około 100°C zadaje się stopniowo w ciągu 2 godzin

stężonym roztworem wodnym 30 kg nadmanganianu potasowego, stale mieszając, po czym nie przerywając mieszania dodaje się 5 kg węgla aktywnego, a po godzinie zadaje się stężonym roztworem około 10 kg siarczynu sodowego. Następnie przeprowadza się odwodnienie przez ogrzewanie do temperatury 130°C pod ciśnieniem około 500 mm Hg i ester przesącza. Otrzymuje się 2000 kg ftalanu oktylu o następujących właściwościach:

barwa w skali jodowej	3
temperatura zapłonu	177°C
liczba kwasowa	0,1

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób usuwania nadmiaru alkoholu z estrów o wysokiej temperaturze wrzenia, znamienny tym, że nadmiar alkoholu odpędza się pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze nie powodującej rozkładu estru, a resztę pozostającego alkoholu utlenia się do związku karbonylowego, który wiąże się siarczynem.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako środek utleniający stosuje się nadmanganian potasowy w roztworze wodnym.

Zakłady Przemysłu Azotowego
„Kędzierzyn”