

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48785

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31. VII. 1963 (P 102 277)

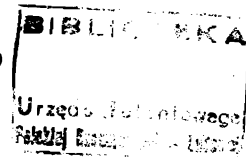
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30. XI. 1964

Kl. 12 q, 29/01

MKP C 07 c 65/04

UKD



Współtwórcy wynalazku: Władysław Stelmachowski, Jan Jakubowski,
Edmund Utecht

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Asepta” Spółdzielnia Pracy,
Pobiedziska (Polska)

Sposób oczyszczania kwasu salicylowego i/lub parahydroksybenzoesowego

1

W czasie znanego procesu wytwarzania kwasu salicylowego i para-hydroksybenzoesowego powstają na skutek działania temperatur rzędu 150 — 290°C wielocząsteczkowe związki o ciemnej barwie, zanieczyszczające gotowy produkt i trudne do usunięcia nawet przez wielokrotną obróbkę roztworu soli metali alkalicznych lub amonowych tych kwasów węglem aktywowanym przed wytrąceniem kwasów hydroksybenzoesowych silnymi kwasami.

Według wynalazku stwierdzono, że można w bardzo prosty sposób uzyskać czysty kwas salicylowy i lub para-hydroksybenzoesowy, jeżeli na wodne roztwory łatwo rozpuszczalnych w wodzie soli tych kwasów, zwłaszcza na roztwory soli metali alkalicznych lub amonowych o wartości pH = 7—9 z dodatkiem węgla aktywowanego działa się gazowym dwutlenkiem siarki lub wodnym roztworem kwasu siarkowego aż do uzyskania wartości pH = 5—7, a na otrzymany produkt działa się następnie cynkiem metalicznym zwłaszcza pyłem cynkowym po czym po przesączeniu z roztworów tych wytrąca się kwas salicylowy i/lub para-hydroksybenzoesowy silnym kwasem.

Stwierdzono, że po tego rodzaju obróbce z roztworów soli kwasu salicylowego i para-hydroksybenzoesowego uzyskać można po wytrąceniu wolne kwasy, nie zawierające już jakichkolwiek zanieczyszczeń barwnych.

2

Przykład I. Do około 150 l roztworu wodnego zawierającego około 30 kg kwasu p-hydroksybenzoesowego w postaci soli dwupotasowej, sporządzonego w końcowym etapie produkcji tego 5 kwasu dodaje się kwas siarkowy aż do uzyskania wartości pH = 7—9, studzi, sączy w celu oddzielenia częściowo wydzielonego siarczanu potasowego, rozcieńcza się do 250 l i dodaje 0,8 kg węgla aktywowanego. Roztwór ten nasycy się gazowym 10 dwutlenkiem siarki aż do uzyskania wartości pH = 5,0—6,5 i dodaje 0,3 kg pyłu cynkowego, po czym całość ogrzewa się do temperatury 70°C i miesza intensywnie, a następnie sączy. Z otrzymanego przesącza wytrąca się kwas p-hydroksybenzoesowy 15 przez zakwaszenie 50% kwasem siarkowym. Wytrącony produkt jest czysty i nie zawiera jakichkolwiek zanieczyszczeń barwnych.

Przykład II. Do około 150 l roztworu wodnego zawierającego 100 kg kwasu salicylowego w 20 postaci soli sodowej, sporządzonego w końcowym etapie produkcji tego kwasu, dodaje się miesząc 50%-wy kwas siarkowy aż do uzyskania wartości pH = 7—9, a po oddzieleniu wytrąconego siarczanu sodowego traktuje się ten roztwór podczas 25 mieszania wodnym roztworem kwasu siarkowego aż do uzyskania wartości pH = 5,0—6,5. Następnie dodaje się 3 kg węgla aktywowanego i 1 kg pyłu cynkowego, a całość ogrzewa się miesząc do 30 temperatury 80°C. Otrzymaną mieszaninę sączy się,

a przesącz zakwasza się kwasem siarkowym aż do wydzielenia kwasu salicylowego.

Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób oczyszczania kwasu salicylowego i/lub para-hydroksybenzoesowego otrzymywanego z roztworów łatwo rozpuszczalnych w wodzie soli przez wytrącenie silnym kwasem, znamieny tym, że wodne roztwory soli metali alkalicznych lub amonowych kwasów salicylowego i/lub

para-hydroksybenzoesowego o wartości $\text{pH} = 7-9$ wysyca się dwutlenkiem siarki lub traktuje kwasem siarkawym, do wartości $\text{pH} = 5-7$ zwłaszcza $\text{pH} = 6$ a następnie traktuje się je cynkiem metalicznym i węglem aktywowanym w podwyższonej temperaturze zwłaszcza w temperaturze 80°C , po czym całość sączy się i z przesączów wytrąca się kwas salicylowy i/lub parahydroksybenzoesowy działaniem silnego kwasu, korzystnie kwasu siarkowego w znany sposób.

