

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

56938

Patent dodatkowy
do patentu 56 582

Zgłoszono: 06.IV.1966 (P 113 912)

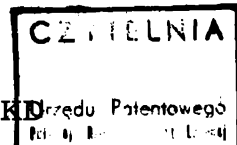
Pierwszeństwo: 28.VII.1965 Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano: 10.III.1969

Kl. 12 o, 14

MKP C 07 c

63/26



Twórca wynalazku: Ewald Katzschnmann

Właściciel patentu: Chemische Werke Witten G.m.b.H, Witten (Niemiec-
ka Republika Federalna)

Sposób otrzymywania kwasu tereftalowego

1

Przedmiotem patentu nr 56582 jest sposób obróbki termicznej produktów utlenienia mieszaniny p-ksylenu i estru metylowego kwasu p-toluilowego stanowiących mieszaninę, składającą się z kwasu tereftalowego, estru metylowego kwasu p-toluilowego, kwasu p-toluilowego oraz mono-estru kwasu tereftalowego. Obróbka ta polega na ogrzewaniu do temperatury 210—280°C, korzystnie pod ciśnieniem do 10 atm, w czasie do 5 godzin.

Kwas tereftalowy wyodrębnia się następnie w znany sposób.

Stwierdzono, że termiczną obróbkę mieszaniny produktów utlenienia prowadzi się korzystnie w obecności p-ksylenu, wody i/lub kwasu octowego. W wyniku tak prowadzonego procesu otrzymuje się znacznie większą ilość wolnego kwasu tereftalowego. Dodatek p-ksylenu i/lub wody i/lub kwasu octowego (80—100%) wprowadza się do produktów utleniania po pewnym czasie składowania, lub bezpośrednio po ukończeniu utlenienia w tym samym naczyniu, w którym zachodziło utlenianie, albo też w dalej podłączonych odpowiednich naczyniach, które mogą stanowić układ rur.

W odniesieniu do wagi produktów utlenienia stosuje się do 50% p-ksylenu lub do 15% wody albo do 30% kwasu octowego. Równocześnie z wprowadzeniem wyżej wymienionych dodatków mieszaninę ogrzewa się do temperatury 220—250°C. Celowym jest zachowanie ciśnienia stosowanego w procesie utlenienia. Dla uzyskania efektu we-

2

dług wynalazku krytycznymi parametrami są temperatura i czas. Stosowane według wynalazku dodatki mają wpływ na czystość uzyskiwanego w rezultacie kwasu tereftalowego oraz na jego ilość. Dodatek 2—10% wody w odniesieniu do ciężaru produktów utlenienia spowodował zwiększenie dającego się wyodrębnić kwasu tereftalowego o 40—60% wagowych, a ponadto uzyskuje się kwas tereftalowy o wyższym stopniu czystości. Liczba zmydlenia kwasu tereftalowego otrzymanego po obróbce sposobem według wynalazku wynosi 676 (obliczona: 676).

Czas obróbki wynosi 0,5 do 4 godzin. Przeciętnie wystarcza 1 godzina. Przy odpowiednim prowadzeniu reakcji może wystarczyć czas potrzebny do podgrzania aby uzyskać pożądaną efekt.

Tabela podana na odwrocie zawiera dane dotyczące przeprowadzonych prób sposobem według wynalazku, oraz procesu prowadzonego bez dodatków i osiągnięte wyniki.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania kwasu tereftalowego z produktów utlenienia p-ksylenu i estru metylowego kwasu p-toluilowego, stanowiących mieszaninę kwasu tereftalowego, estru metylowego kwasu p-toluilowego, kwasu p-toluilowego oraz monoestru metylowego kwasu tereftalowego przez

ogrzewanie tej mieszaniny do temperatury 210—280°C, korzystnie pod ciśnieniem do 10 atm w czasie do 5 godzin i następnie wyodrębnienie kwasu

tereftalowego według patentu nr 56582, **znamienny** tym, że obróbkę termiczną prowadzi się w obecności p-ksylenu, wody i/lub kwasu octowego.

Numer bieżący próby	Obróbka produktów utleniania				Kwas tereftalowy w %	Liczba zmydlenia
	Dodatki	Czas w godzinach	Temperatura °C	Ciśnienie w atm.		
1	2	3	4	5	6	7
1	—	—	—	—	20,3	641
2	—	—	—	—	16,5	640
3	—	—	—	—	16,0	633
4	15% p-ksylen	4	250	7	24,2	676
5	20% p-ksylen	1	275	10,5	21,2	676
6	100% lodowaty kwas octowy	1	250	16,0	16,8	663
7	33% „ — „	1	250	16,0	19,3	673
8	10% „ — „	2	250	6,0	22,6	676
9	10% „ — „	1/2	275	10,5	22,2	676
10	5% Woda	1	250	7,0	24,3	649
11	5% Woda	2	200	7,0	29,0	659
12	5% Woda	3	200	7,0	30,5	662
13	5% Woda	2	210	8,5	30,3	676
14	5% Woda	1	225	9,0	28,5	672
15	5% Woda	2	225	9,0	30,5	676
16	5% Woda	1/2	240	11,5	28,0	676
17	5% Woda	1/2	250	12,0	25,2	676
18	5% Woda	2	250	12,0	32,6	676
19	5% Woda	4	250	12,0	31,6	676
20	7,5% Woda	4	250	13,0	32,6	676
21	10% Woda	2	250	13,0	29,2	676
22	15% Woda	4	250	13,0	32,9	676
23	30% p-ksylen 3% Woda	2	250	18,0	21,4	676
24	16% lodowaty kwas octowy	1/2	250	16,0	30,4	676
25	5% Woda	1/2	275	20,0	27,4	676