

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51531

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 03.VI.1964 (P 104 752)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.VII.1966

Kl. 12 o, 14

MKP C 07 c 63/26

UKD

Współtwórcy wynalazku: Stanisław Grzelczyk, Hanna Turlewicz, Wojciech Dmowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Sposób oczyszczania surowego kwasu tereftalowego zawierającego kwasy benzoesowy i ftalowy

1

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania kwasu tereftalowego zanieczyszczonego kwasem benzoesowym i kwasem ftalowym.

Kwas tereftalowy używany do przerobu na tereftalan polietylenowy, poliestery o dużej wartości handlowej, stosowany do wytwarzania włókna i błon, musi być bardzo czysty. Podczas otrzymywania kwasu tereftalowego przez dysproporcjonowanie benzoesu potasowego, jak również przez izomeryzację ftalanu potasowego wytworzony kwas tereftalowy, zawiera niezależnie od użytego surowca małe ilości kwasów benzoesowego i ftalowego, niepożądanych podczas przerobu kwasu tereftalowego na tereftalan polietylenowy. Usunięcie tych zanieczyszczeń przedstawiało dotychczas pewne trudności.

Znane dotychczas sposoby oczyszczania kwasu tereftalowego dostosowane są przede wszystkim do oczyszczania kwasu tereftalowego otrzymanego podczas utleniania p-ksylenu. Głównym zanieczyszczeniem jest w tym przypadku kwas p-toluilowy. Znane sposoby oczyszczania polegają zatem na rekryształizacji kwasu tereftalowego w temperaturze 300°C z wody lub ze stężonego kwasu siarkowego. Są one jednak uciążliwe, gdyż w przypadku użycia wody wymagają stosowania ciśnienia, a w przypadku użycia kwasu siarkowego — operowania gorącą cieczą o silnym działaniu korodującym. Sposoby te są również długotrwałe, co wynika zarówno z samej istoty operacji krystalizacji, i jak i z małej roz-

2

puszczalności kwasu tereftalowego w wodzie i w kwasie siarkowym.

Podczas otrzymywania kwasu tereftalowego za pomocą dysproporcjonowania benzoesu potasowego lub izomeryzacji ftalanu potasowego stwierdzono, że produkt zawiera jako zanieczyszczenie, niezależnie od stosowanego produktu wyjściowego, łącznie około 5% kwasów benzoesowego i ftalowego. Wynalazek umożliwia otrzymywanie z takiej mieszaniny kwasu tereftalowego o wysokiej czystości.

Według wynalazku sposób oczyszczania kwasu tereftalowego zanieczyszczonego kwasem benzoesowym i ftalowym w ilości około 5% polega na ogrzewaniu zawierającego wodę kwasu tereftalowego, zależnie od stopnia czystości jaki zamierza się uzyskać, w temperaturze 250—310°C w ciągu 15—45 minut.

Woda zawarta w kwasie tereftalowym powoduje, że znajdujące się w kwasie zanieczyszczenia łatwiej oddestylowują w pierwszej fazie ogrzewania. Ze względów ekonomicznych nie opłaca się jednak dodawać do kwasu tereftalowego wody więcej niż 50% jego masy. Zamiast zwiększać ilość wody można ogrzewać kwas przez kilkanaście minut w temperaturze wyższej o kilkanaście stopni od temperatury sublimacji kwasu tereftalowego i uzyskać dzięki temu kwas tereftalowy pozbawiony całkowicie kwasów benzoesowego i ftalowego.

Sposób według wynalazku daje znaczne korzyści

w produkcji przemysłowej, ponieważ jest prosty, szybki, nie wymaga skomplikowanych urządzeń i jest łatwy do realizacji metodą ciągłą.

Przykład I. 1 część wagową kwasu tereftalowego zawierającego 5% kwasów benzoowego i ftalowego oraz 0,4 części wagowe wody podzielono na dwie części:

część 1 — po ogrzewaniu w ciągu 45 minut w temperaturze 250°C wykazała czystość 99,2%

część 2 — po ogrzewaniu w ciągu 15 minut w temperaturze 310°C wykazała czystość 100%.

Przykład II. Surowy kwas tereftalowy zawierający 0,01 części wody i 4,5% kwasów benzoowego i ftalowego ogrzewano 45 minut w temperaturze 285°C. Otrzymany po ogrzewaniu kwas tereftalowy wykazał czystość 98,5%.

Przykład III. 3 próbki surowego kwasu tereftalowego zawierającego 5,0% kwasów benzo-

owego i ftalowego oraz kolejno 0,05, 0,2, 0,4, części wagowych wody przypadających odpowiednio na 1 część wagową surowego kwasu tereftalowego, ogrzewano w ciągu 15 minut w temperaturze 285°C.

Otrzymany po prażeniu kwas tereftalowy wykazał czystość:

z próbki 1 — 99,1%,

z próbki 2 — 99,3%,

z próbki 3 — 99,5%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania surowego kwasu tereftalowego zawierającego kwasy benzoowy i ftalowy w ilości około 5%, **znamienny tym**, że surowy kwas tereftalowy zawierający wodę w ilości od 5 do 50% ogrzewa się w temperaturze 250—310°C w ciągu 15—45 minut.