



Patent dodatkowy
do patentu _____

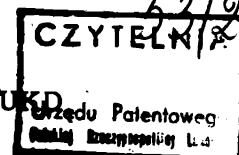
Zgłoszono: 29.XII.1965 (P 112 251)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 8.III.1968

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jerzy Osoba, mgr inż. Marian Gucwa,
inż. Zdzisław Galara, mgr inż. Józef Borowiec
Właściciel patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego Przedsię-
biorstwo Państwowe, Tarnów (Polska)

Sposób odzyskiwania kwasu walerianowego i kapronowego z produktów utleniania cykloheksanu

1 W procesie utleniania cykloheksanu powietrzem w fazie ciekłej pod ciśnieniem powstają: cykloheksanol, cykloheksanon, kwasy jedno- i dwukarboksylowe, estry i nadktlenki. Podczas wyodrębniania z produktów utleniania cykloheksanu, cykloheksanolu i cykloheksanonu na drodze hydroazeotropowej destylacji otrzymuje się w pewnym stadium mieszaninę cykloheksanolu i cykloheksanonu, estrów cykloheksanolu oraz lotne z parą wodną wolne kwasy jednkarboksylowe.

Mieszaninę tę poddaje się zmydlaniu ługiem sodowym, następnie oddestylowuje się hydroazeotropowo cykloheksanol i cykloheksanon, a w cieczy wyczerpanej pozostają sole sodowe kwasów jednkarboksylowych ze stosunkowo dużą zawartością kapronianu i walerianianu sodowego.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wyodrębniania kwasów walerianowego i kapronowego z cieczy wyczerpanej po hydroazeotropowym oddestylowaniu cykloheksanolu i cykloheksanonu, z mieszaniny po zmydlaniu estrów. W tym celu zakwasza się ciecz wyczerpaną stężonym kwasem siarkowym lub innymi kwasami mineralnymi do wartości pH poniżej 5, a po oziębieniu roztworu oddziela się górną warstwę organiczną zawierającą głównie kwasy walerianowy i kapronowy, od warstwy wodnej zawierającej rozpuszczone kwasy karboksylowe i siarczan sodowy. Warstwę organiczną destyluje się z parą wodną i warstwę organiczną destylatu poddaje się destylacji frakcyjnej

2 odbierając w temperaturze 180—186°C kwas walerianowy i w temperaturze 200—206°C kwas kapronowy. Zaletą tej metody jest to, że w sposób prosty można otrzymywać czyste kwasy walerianowy i kapronowy.

Przykład. 4400 g cieczy wyczerpanej zakwaszono stężonym kwasem siarkowym do wartości pH = 5. Po oziębieniu mieszaniny do temperatury 18°C oddzielono górną warstwę organiczną (1300 g) i destylowano ją z parą wodną. Otrzymano 941 g mieszaniny kwasów. Mieszaninę tę po oddzieleniu wody destylowano pod ciśnieniem atmosferycznym uzyskując 510 g frakcji wrzącej w zakresie temperatur 180—186°C i 274 g frakcji wrzącej w granicach 200—206°C. Współczynniki załamania światła tych frakcji odpowiadają literaturowym dla kwasów walerianowego i kapronowego.

Zastrzeżenie patentowe

20 Sposób odzyskiwania kwasu walerianowego i kapronowego z produktów utleniania cykloheksanu, **znamienny tym**, że ciecz wyczerpaną po hydroazeotropowym oddestylowaniu cykloheksanolu i cykloheksanonu z mieszaniny po zmydleniu estrów
25 zakwasza się kwasem siarkowym lub innymi kwasami mineralnymi do wartości pH poniżej 5 i oddzieloną warstwę organiczną destyluje się odbierając kwas walerianowy w temperaturze 180—186°C i kwas kapronowy w temperaturze 200—206°C.