



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono. 23.VIII.1963 (P 102 428)

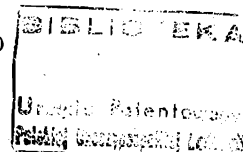
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 3.I.1966

Kl 12 o, 14

MKP C 07 d 24/52

UKD



Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Andrzej Jakubowicz, mgr inż. Ta-
deusz Wojtowicz, mgr inż. Alfred Chrubasik

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób odzyskiwania bezwodnika kwasu ftalowego z odpadów podestylacyjnych w postaci pochodnych kwasu ftalowego

1

Bezwodnik ftalowy wytwarza się na skalę przemysłową znanym sposobem polegającym na katalitycznym utlenianiu powietrzem naftalenu lub innego surowca organicznego. Podczas tego procesu powstają równocześnie różne produkty uboczne i dlatego konieczna jest destylacja rafinacyjna otrzymanego w procesie katalitycznym bezwodnika ftalowego.

Zanieczyszczenia bezwodnika ftalowego są związkami cięższymi od niego i dlatego zbierają się w pozostałościach podestylacyjnych.

Odpady podestylacyjne poza głównym składnikiem jakim jest siarczan wapnia i sole wapniowe związków sulfonowych powstających w procesie rafinacji bezwodnika surowego stężonym H_2SO_4 , zawierają substancje żywcowato-smoliste i 10—30% bezwodnika kwasu ftalowego. Zawartość bezwodnika kwasu ftalowego w odpadach zależy od warunków prowadzenia destylacji rafinacyjnej surowego bezwodnika.

Im wyższą stosuje się temperaturę destylacji i im niższe ciśnienie, tym mniej bezwodnika ftalowego zostaje w pozostałościach. Jednakże stosowanie bardzo niskiego ciśnienia i wysokiej temperatury jest kosztowne, a poza tym zbyt wysoka temperatura może być przyczyną rozkładu bezwodnika ftalowego. Dlatego nie opłaca się dokładniej usuwać drogą destylacji bezwodnika ftalowego z pozostałości, aniżeli do zawartości około 10%.

2

Zawarty w pozostałościach bezwodnik można by ekstrahować odpowiednim rozpuszczalnikiem lub wodą, a następnie odzyskać go przez odparowanie lub oddestylowanie rozpuszczalnika oraz ewentualnie dehydratację powstałego kwasu. Postępowanie takie byłoby także nieopłacalne, a to głównie z powodu dużego zapotrzebowania energii.

Wobec braku dogodnego sposobu odzyskiwania bezwodnika, wyrzuca się go wraz z całością pozostałości podestylacyjnych.

Przy dużej skali produkcji bezwodnika ftalowego, wartość produktu traconego wraz z pozostałościami jest znaczna.

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania wartościowego składnika z omówionych pozostałości, przy czym za wartościowy składnik uważa się tylko bezwodnik kwasu ftalowego.

Sposobem według wynalazku bezwodnik ftalowy ekstrahuje się z pozostałości podestylacyjnych przy użyciu odpowiedniego rozpuszczalnika ciekłego oraz równocześnie lub następnie wprowadza się do tego samego rozpuszczalnika amoniak, który tworzy z bezwodnikiem ftalowym związki pochodne nierozpuszczalne w zastosowanym rozpuszczalniku. Następnie stały związek ftalowy oddziela się od ciekłego rozpuszczalnika elementarnymi sposobami i rozpuszczalnik używa się ponownie w tym samym procesie.

Szczególnie korzystne okazało się wprowadzenie amoniaku lub soli amonowych jako substancji wią-

zących bezwodnik ftalowy. W tym przypadku rozpuszczalnikiem może być woda lub niektóre ciecz organiczne jak np. ksylen, tetralina, dekalina, itp. W rezultacie otrzymuje się dwuamid kwasu ftalowego, ftalimid, ftalan dwuamonowy lub inne związki w zależności od warunków prowadzenia procesu, oraz od ewentualnych zabiegów pomocniczych. Otrzymane związki są droższe niż bezwodnik kwasu ftalowego, a więc odzyskiwanie bezwodnika kwasu ftalowego za ich pośrednictwem jest w pełni uzasadnione gospodarczo.

W niektórych warunkach gospodarczych może okazać się korzystne zastosowanie wodorotlenku potasu jako substancji wiążącej bezwodnik ftalowy. Przy zastosowaniu wody jako rozpuszczalnika uzyskuje się w tym przypadku ftalan dwupotasowy, cenny surowiec do produkcji kwasu tereftalowego sposobem izomeryzacji.

Przykład I. Pozostające w kubie destylacyjnym odpady o zawartości 22% wagowych bezwodnika kwasu ftalowego o konsystencji gęstej, lepkiej pasty w temperaturze około 240°C, wytłaczano do mieszalnika napełnionego wodą i zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną.

Podczas wytłaczania odpadów zawartość mieszalnika utrzymywano w ciągłym mieszaniu. Po zakończeniu wytłaczania odpadów, całość mieszano dalej w ciągu 1 godziny w temperaturze około 100°C, następnie oddzielono nierozpuszczalne części przez odsączenie na nuczyci próżniowej. Przesącz stanowiący roztwór wodny kwasu ftalowego, zanieczyszczony obcymi rozpuszczalnikami w wodzie substancjami rafinowano w temperaturze 80°C węglem aktywnym typu „Carbosorbid”.

Oczyszczony i odbarwiony przesącz nasycano amoniakiem w naczyniu ciśnieniowym w temperaturze 140°C pod ciśnieniem 1 atn w ciągu 2,5 godzin. Po upływie tego czasu zredukowano ciśnienie do ciśnienia atmosferycznego i zawartość naczynia pozostawiono do ochłodzenia. Wykrystalizowany w postaci bezbarwnych igieł osad ftalimidu

odsączono na nuczyci próżniowej i przemyci dwukrotnie zimną wodą.

Następnie mokry produkt suszono w temperaturze 105°C.

Odzyskano w postaci ftalimidu technicznego 76% wagowych bezwodnika zawartego w odpadach. Czystość otrzymanego ftalimidu wynosiła powyżej 98%.

Przykład II. Pierwszą część doświadczenia wykonano jak w przykładzie I przy użyciu ksylenu technicznego jako rozpuszczalnika. Wysycanie ksylenowego roztworu bezwodnika ftalowego amoniakiem prowadzono w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną (powyżej 135°C) w ciągu 3 godzin. Po zakończeniu wysycania amoniakiem, zawartość mieszalnika ochłodzono do temperatury 25°C. Wykrystalizowany w postaci słupków ftalimid odsączono na nuczyci próżniowej.

Oczyszczanie ftalimidu surowego prowadzono przez przekrystalizowanie z alkoholu etylowego. Wychodząc z tej samej partii odpadów podestylacyjnych (22% bezwodnika ftalowego) odzyskano w postaci ftalimidu technicznego 83% bezwodnika zawartego w odpadach.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzyskiwania bezwodnika kwasu ftalowego z odpadów podestylacyjnych w postaci pochodnych kwasu ftalowego, **znamienny tym**, że zawarty w odpadach bezwodnik ftalowy ekstrahuje się rozpuszczalnikami organicznymi lub nieorganicznymi przy równoczesnym lub następnym doprowadzeniu amoniaku, przy czym dobiera się taki rozpuszczalnik, w którym związek powstający w wyniku reakcji kwasu ftalowego z amoniakiem nie rozpuszcza się, po czym wytrąconą pochodną kwasu ftalowego oddziela się od rozpuszczalnika i oczyszcza znanymi sposobami.