



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

198977

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 23 11 78  
(21) PV 7682-78

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 07 C 63/06

(40) Zveřejněno 17 09 79  
(45) Vydáno 01 8 82

(75)  
Autor vynálezu

SEITL JAROMÍR ing. a STRNAD JIŘÍ ing., PARDUBICE

(54) Způsob zoracování destilačních zbytků po destilaci surové kyseliny benzoové

1

Vynález se týká způsobu zpracování destilačních zbytků po destilaci surové kyseliny benzoové za sníženého tlaku při její výrobě oxidací toluenu vzduchem v přítomnosti katalyzátoru.

Kyselina benzoová se vyrábí oxidací toluenu vzduchem pod tlakem 1,1 MPa za přítomnosti kobaltnatých solí jako katalyzátoru oxidace. Oxidace se vede do konverze cca 40 %. Z reakční směsi se oddestiluje za normálního tlaku nezreagovaný toluen, potom za sníženého tlaku přední podíly a nakonec se destiluje za tlaku cca 4 kPa kyselina benzoová. Přední podíly se vracejí spolu s oddestilovaným toluenem do oxidace. Jako destilační zbytek zůstává pryskyřičnatá hmota v množství okolo 100 kg na 1 tunu vyrobené kyseliny benzoové. Podle chromatografické analýzy obsahuje 5 až 10 hmotnostních % kyseliny benzoové a 20 až 50 hmotnostních % benzylnbenzoátu. Tyto látky nelze v provozních podmínkách výroby získat destilací za sníženého tlaku.

Destilační zbytek má číslo kyselosti vyšší než 100 mg KOH/g, je korozivní a je určen k likvidaci.

Zpracování a využití těchto destilačních zbytků není z literatury známo. Pro vysokou korozivnost není možno je využít ani k vytápění pecí.

198877

Podle uvedeného vynálezu byl nalezen způsob zpracování těchto zbytků, jehož podstata spočívá v tom, že se do destilačních zbytků zahrátých na teplotu 160 až 250 °C uvádí vodní pára a/nebo páry toluenu, výhodně azeotropní směs, odcházející destilát se kondenzuje a jímá a organické látky, zejména kyselina benzoová a benzylbenzoát, které jsou v něm přítomné, se vracejí do výroby kyseliny benzoové do uzlu oxidace, výhodně ve formě toluenického roztoku, získaného buďto přímo kondenzací destilátu nebo extrakcí kondenzátu získaného ve formě vodné suspenze toluenem.

Způsobem zpracování podle vynálezu se získají kyselina benzoová, benzylbenzoát, a další látky, které jsou meziprodukty výroby kyseliny benzoové; všechny tyto látky by jinak byly likvidovány s destilačním zbytkem. Tím se velmi pozitivně ovlivní celá ekonomika výroby kyseliny benzoové.

Navíc dochází vlivem teploty a procházejících par k uvolňování dalšího množství těchto užitečných látek; při tepelné expozici nastává štěpení vysokomolekulárních látek, přičemž rovnováha této reakce je neustále porušována v příznivém směru tím, že proud par odnáší s sebou produkty štěpení.

V případě, že se ke zpracování destilačních zbytků podle vynálezu použije pouze vodní pára, získá se kondenzát ve formě vodné suspenze; potom je nutno přítomné organické látky k vrácení do uzlu oxidace buďto oddělit od vody filtrací a vysušením, nebo výhodně převést do toluenického roztoku extrakcí toluenem.

Pracuje-li se s parami toluenu, získá se přímo toluenický roztok jako kondenzát. Použije-li se směs vodní páry a para toluenu, získá se kondenzát, v němž se oddělí vrstva toluenická, obsahující žádanou organické látky, a vrstva vodná; po jejím oddělení se toluenická vrstva vrací do oxidace.

Navrácením organických látek z kondenzátu do oxidace se látky, schopné zpracování, převedou na kyselinu benzoovou a kyselina benzoová z kondenzátu projde stupněm oxidace beze změny.

Podle provedených pokusů neovlivní přidané látky, získané způsobem podle vynálezu, průběh oxidace.

Výtěžnost užitečných látek při způsobu zpracování destilačních zbytků podle vynálezu je závislá na teplotě destilačních zbytků a na množství uváděných par. Vyšší teplota podporuje výtěžnost; při nižší teplotě je nutno zvýšit množství par, aby se dosáhlo stejného výtěžku.

Pro provozní účely se jeví jako vhodná teplota zpracovávaného destilačního zbytku v rozmezí 160 až 250 °C. Pokud se pracuje pouze s vodní párou, je možno k zpracování podle vynálezu použít přímo páru z rozvodu ve výrobě. K získání toluenického roztoku organických látek z kondenzátu je možno toluen předložit do předlohy, do které se jímá destilát, nebo se může toluen postupně přidávat do přestupníku; tím se zabrání zanášení a s ním spojeným komplikacím.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení, v nichž

uváděný obsah kyseliny benzoové a benzylbenzoátu byl stanoven plynovou chromatografií.

#### Příklady provedení

##### Příklad 1

Do baňky objemu 1 000 ml bylo nasazeno 460 g zbytku po destilaci surové kyseliny benzoové za sníženého tlaku, který obsahoval 27,1 g kyseliny benzoové a 95 g benzylbenzoátu. Po zahřátí na teplotu 200 °C bylo zahájeno vhnání vodní páry. Celkově bylo přivedeno 800 g vodní páry; teplota zpracovávaného zbytku se pohybovala v rozmezí 200 až 206 °C. Filtrací vodné suspenze, získané kondenzací odcházejících par, byla oddělena pevná fáze od kapalně a po vysušení zjištěna hmotnost 153,3 g. Chromatograficky v tomto pevném podílu nalezeno 42,4 g kyseliny benzoové a 51,4 g benzylbenzoátu. Získaná pevná fáze byla rozpuštěna v toluenu a vrácena do oxidace.

Ve zbytku po zpracování nebyla nalezena žádná kyselina benzoová a 60,6 g benzylbenzoátu.

##### Příklad 2

Do baňky objemu 1 000 ml bylo nasazeno 139 g zbytku po destilaci kyseliny benzoové za sníženého tlaku, který obsahoval 9,6 g kyseliny benzoové a 63 g benzylbenzoátu. Po zahřátí na teplotu 190 °C byla uváděna vodní pára v celkovém množství 250 g. Teplota zbytků při zpracování byla udržována na 190 °C. Stejným způsobem jako v příkladu 1 bylo získáno 23 g organických látek, z nichž 9,2 g byla kyselina benzoová a 10,1 g benzylbenzoát.

##### Příklad 3

Bylo postupováno stejným způsobem jako v příkladu 2, pouze s tím rozdílem, že bylo použito celkem 600 ml vodní páry. Bylo získáno 40 g organických látek, obsahujících 14,9 g kyseliny benzoové a 19,7 g benzylbenzoátu.

##### Příklad 4

K zpracování nasazeno 130 g zbytku s obsahem 8,9 g kyseliny benzoové a 59 g benzylbenzoátu. Za teploty 220 až 230 °C byly uváděny páry toluenu v celkovém množství 870 g. Jako kondenzát byl získán toluenický roztok organických látek, který byl pro kontrolu výtěžku odpařen. Získáno 40,5 g pevných organických látek s obsahem 11,4 g kyseliny benzoové a 9 g benzylbenzoátu.

##### Příklad 5

Násada k zpracování činila 147 g destilačního zbytku s obsahem 10,2 g kyseliny benzoové a 66,7 g benzylbenzoátu. Za teploty 203 až 209 °C bylo přivedeno 920 g par toluenu. Stejným způsobem jako v příkladu 4 získáno z kondenzátu 34 g organických látek v pevné formě, které obsahovaly 11,9 g kyseliny benzoové a 8,9 g benzylbenzoátu.

##### Příklad 6

Do aparatury popsané v příkladu 1 bylo nasazeno 131 g destilačního zbytku, obsahujícího 9 g kyseliny benzoové a 59,5 g benzylbenzoátu. K zpracování bylo použito par azeotropní směsi toluen - voda, pro jejíž přípravu bylo do baňky předloženo 600 g toluenu a 200 g vody.

198977

Teplota zpracovávaného zbytku byla 210 °C. Po skončení přehánění se kondenzát rozdělil krátkým stáním na vodnou a toluenickou vrstvu. Vodná vrstva byla odpuštěna a z toluenické vrstvy byl odpařen toluen; získán odparek o hmotnosti 74,5 g, obsahující 14 g kyseliny benzoové a 31,8 g benzylbenzoátu.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zpracování destilačních zbytků po destilaci surové kyseliny benzoové za sníženého tlaku při její výrobě oxidací toluenu vzduchem v přítomnosti katalyzátoru, vyznačující se tím, že se do destilačních zbytků zahřátých na teplotu 160 až 250 °C uvádí vodní pára a/nebo páry toluenu, výhodně azeotropní směs, odcházející destilát se kondenzuje a jímá a organické látky, zejména kyselina benzoové a benzylbenzoát, které jsou v něm přítomné, se vrací do výroby kyseliny benzoové do uzlu oxidace, výhodně ve formě toluenického roztoku, získaného buďto přímo kondenzací destilátu nebo extrakcí kondenzátu získaného ve formě vodné suspenze toluenem.