

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

51387

**Patent dodatkowy
do patentu** _____

Zgłoszono: 17.III.1964 (P 104 040)

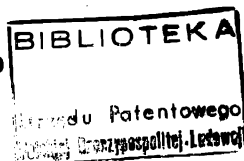
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 28.VI.1966

Kl. 12 a, 11

MKP C 07 c 53/10

UKD



Współtwórcy wynalazku: mgr Hubert Eisermann, mgr Zenon Pałka

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie
Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

Sposób wytwarzania obojętnego octanu amonowego w postaci krystalicznej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania obojętnego octanu amonowego w postaci krystalicznej z amoniaku i kwasu octowego.

Znany sposób wytwarzania octanu amonowego polega na stopieniu kwasu octowego lodowatego lub kwaśnego octanu amonowego na łaźni wodnej i na nasycaniu otrzymanego stopu suchym gazowym amoniakiem. Tym sposobem nie można otrzymać czystego wyłącznie obojętnego octanu amonowego, gdyż temperatura topnienia tego związku wynosi 117°C i mieszanina reakcyjna zakrzepnie, zanim reakcja dobiegnie do końca.

Stwierdzono, że nasycenie kwasu octowego amoniakiem, początkowo w temperaturze wrzenia kwasu octowego a ostatecznie w temperaturze 117—125°C, może doprowadzić do produktu wolnego od kwaśnego octanu amonowego, lecz produkt ten zawiera wtedy nadmiar amoniaku i reaguje alkalicznie. Próby rozpylenia kwasu octowego w atmosferze amoniaku doprowadziły jedynie do produktu, o temperaturze topnienia 114°C, co odpowiada produktowi o zawartości około 46% molowych amoniaku.

Inny sposób polega na zobojętnieniu stężonego kwasu octowego krystalicznym węglanem amonowym i odparowaniu otrzymanego roztworu lub zawiesiny krystalicznej pod próżnią w temperaturze pokojowej. Przez odparowanie wodnych roztworów octanu amonowego w podwyższonej temperaturze nie można otrzymać kryształów obojętnego octanu amonowego, ponieważ już poniżej temperatury wrzenia roztwo-

2

rów ulatnia się amoniak, pozostawiając w roztworze kwaśną sól.

Usprawnienie tego sposobu polega na odparowaniu wodnego roztworu w strumieniu amoniaku, aż do zakrzepnięcia roztworu po ochłodzeniu, a następnie suszeniu otrzymanego stałego produktu w atmosferze amoniaku. Również ten sposób nie prowadzi do uzyskania wyłącznie obojętnego octanu amonowego, ponieważ reakcja zobojętniania praktycznie nie dobiega do końca, z powodu powolnej dyfuzji gazowego amoniaku w stałym produkcie.

W związku z powyższym produkty handlowe, sprzedawane pod nazwą octanu amonowego są przeważnie mieszaniną soli obojętnej i kwaśnej. Octan amonowy obojętny potrzebny jest między innymi do celów farmaceutycznych i w analizie chemicznej, zwłaszcza do roztwarzania siarczanu ołowiowego. Trudności związane z otrzymywaniem obojętnego roztworu octanu amonowego zostały wielokrotnie zrelacjonowane w publikacjach.

Celem wynalazku jest usunięcie niedogodności znanych sposobów przez prowadzenie procesu zobojętniania kwasu octowego amoniakiem w warunkach w których powstawanie kryształów kwaśnego octanu amonowego jest całkowicie wykluczone. W sposobie według wynalazku wykorzystano zjawisko, że przy określonym stosunku ilościowym wody do globalnej ilości kwasu octowego, zarówno wolnego jak też związanego w sól amonową, powyżej określonej temperatury nie wydziela się kwaśny octan amonowy

w postaci krystalicznej podczas nasycania roztworu amoniakiem.

Nasycenie amoniakiem mieszaniny wody i kwasu octowego lub mieszaniny wody, kwasu octowego i soli amonowych kwasu octowego prowadzi się przy zachowaniu określonego stosunku ilościowego wody do globalnej ilości kwasu octowego, wolnego i związanego, wynoszącego 0,10—0,85 w temperaturze 10—50°C. Wytrącone kryształy obojętnego octanu amonowego oddziela się od roztworu znanymi sposobami, zwłaszcza przez odwirowanie. Oddzielone ługi pokrystaliczne można zawracać do procesu, tak długo dopóki nagromadzające się w nich zanieczyszczenia pochodzące z surowca, uniemożliwią uzyskanie produktu, o wymaganym stopniu czystości. Celem przyspieszenia procesu suszenia oraz celem odmycia ługów pokrystalicznych, zawierających wolny kwas octowy stosuje się łatwotłotne rozpuszczalniki organiczne, mieszające się z wodą i kwasem octowym, np. metanol, eter dwuetylowy lub aceton. Nasycenie amoniakiem prowadzi się korzystnie do reakcji obojętnej lub słabo alkalicznej, gdyż wtedy kryształy oddzielonego, obojętnego octanu amonowego mogą być suszone, bez uprzedniego odmywania zaadsorbowanych ługów krystalicznych, których lepkość korzystnie obniża obecność wody w środowisku.

W stosunku do znanych metod sposób według wynalazku ma duże zalety. Korzystna jest przede wszystkim możliwość prowadzenia procesu, zwłaszcza oddzielenia kryształów, w temperaturze otoczenia bez ogrzewania lub chłodzenia aparatury. Proces nie wymaga również odparowywania roztworów i suszenia kryształów w ochronnej atmosferze amoniaku. Na skutek gromadzenia się zanieczyszczeń w ługach, czystość produktu jest wyższa od czystości surowców. Otrzymany produkt nie wymaga rozdrobnienia.

Przykład I. 80 kg kwasu octowego lodowatego miesza się z 20 kg wody destylowanej i wprowadza amoniak w temperaturze 25°C. Po wprowadzeniu 17,7 kg amoniaku wydzielają się pierwsze kryształy obojętnego octanu amonowego, a po całkowitym nasyceniu roztworu amoniakiem w ilości 23,3 kg roztwór posiada odczyn lekko alkaliczny. Wytrącone kryształy oddziela się od roztworu przez odwirowanie i suszy w strumieniu suchego powietrza w temperaturze 25°C. Otrzymuje się 58,2 kg kryształów, o zawartości 99,5% octanu amonowego (oznaczony

z zawartości CH_3COOH), których 5 procentowy roztwór wodny wykazuje $\text{pH} = 7,0$.

Przykład II. 50 kg ługów pokrystalicznych, otrzymanych w przykładzie I, zawierających 15,5% NH_3 , 57% globalnego CH_3COOH , wolnego i związanego, oraz 27,5% wody, miesza się z 28 kg kwasu octowego i wprowadza amoniak gazowy w temperaturze 25°C. Po wprowadzeniu do roztworu 3,6 kg amoniaku wydzielają się pierwsze kryształy a po pochłonięciu 8,0 kg amoniaku, roztwór staje się alkaliczny. Po odwirowaniu otrzymuje się 41 kg kryształów, o zawartości 97,7% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, których 5 procentowy roztwór wodny wykazuje $\text{pH} = 7,3$. Po wysuszeniu na powietrzu otrzymuje się kryształy, o zawartości 98,2% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, których 5 procentowy roztwór wodny wykazuje $\text{pH} = 7,1$.

Przykład III. 80 kg kwasu octowego lodowatego miesza się z 20 kg wody destylowanej i wprowadza amoniak w temperaturze 25°C w ilości 21,6 kg. Otrzymana zawiesina ma odczyn kwaśny. Po odwirowaniu wydzielonych kryształów otrzymuje się 39,9 kg octanu amonowego, o zawartości 108,8% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ (oznaczonej z zawartości CH_3COOH), którego 5 procentowy roztwór wodny wykazuje $\text{pH} = 5,0$. Otrzymane kryształy miesza się z 4,0 kg wody o temperaturze 25°C i ponownie odwirowuje, uzyskując 27,5 kg kryształów, o zawartości 98,2% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, których 5 procentowy roztwór wykazuje pH nieco poniżej 6,9. Kryształy te po dwukrotnym zwilżeniu metanolem i odwirowaniu wykazują po wysuszeniu, aż do zaniku zapachu metanolu zawartość 100% $\text{CH}_3\text{COONH}_4$. 5 procentowy roztwór wodny tych kryształów wykazuje $\text{pH} = 7,0$.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania obojętnego octanu amonowego w postaci krystalicznej przez działanie amoniakiem na kwas octowy, **znamienny tym**, że mieszaninę wody i kwasu octowego lub wody, kwasu octowego i soli amonowych kwasu octowego nasycza się amoniakiem w temperaturze 10—50°C, korzystnie do reakcji obojętnej lub alkalicznej, zachowując stosunek ilościowy wody do globalnej ilości kwasu octowego, wolnego i związanego, w granicach 0,10—0,85, po czym wytrącone kryształy obojętnego octanu amonowego oddziela się znanymi sposobami, zwłaszcza przez odwirowanie a ługi pokrystaliczne, zawierające sole amonowe kwasu octowego, zawraca ewentualnie do procesu.