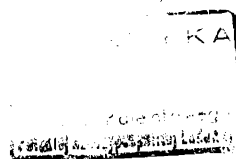


26 listopada 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



C97c 53/16

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

№ 437.

Kl. 12 o 11.

Cie des Produits Chimiques d'Alais & de la Camargue,
Paryż (Francja).

Sposób fabrykacji kwasu monochlorooctowego i jego estrów.

Zgłoszono: 12 lipca 1920 r.

Udzielono: 13 sierpnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 7 lipca 1916 r. dla zastrz. 1, 2, 3 i 5 i 21 listopada 1916 r. dla zastrz. 4 (Francja).

Kwas monochlorooctowy (CH_2ClCOOH) obecnie wyrabia się wyłącznie działaniem bezpośrednim chloru na kwas octowy w obecności różnych katalizatorów. Proponowano już jednak w różnych patentach otrzymanie kwasu monochlorooctowego, działającego na eter dwuchlorowinyłowy ($\text{C}_2\text{HCl}_2\text{OC}_2\text{H}_5$) wodą lub alkoholem.

Wiadomo również, że eter dwuchlorowinyłowy można otrzymać z trójchloroetylenem działaniem alkaliów, albo etylanu sodowego w roztworze alkoholowym.

Według niniejszego wynalazku kwas monochlorooctowy otrzymuje się wprost z trójchloroetylenem bez używania kwasu octowego w reakcji i bez uprzedniej przemiany trójchloroetylenem na eter dwuchlorowinyłowy, zapomocą alkaliów lub alkoholanu sodowego.

Stosownie do tego wynalazku, kwas monochlorooctowy otrzymuje się przez hydratację bezpośrednio trójchloroetylenem zapomocą kwasu siarkowego przy jednoczesnym ogrzewaniu z równoczesnym powstawaniem kwasu monochlorooctowego i kwasu solnego.

Hydratacja uskutecznia się korzystniej działaniem kwasu siarkowego o stężeniu odpowiednim na trójchloroetylen w stanie lotnym. Stężenie kwasu siarkowego i temperatura reakcji mogą się zmieniać w granicach dosyć rozległych, przy regulowaniu tych czynników w ten sposób, aby otrzymać najwyższą wydajność i największą szybkość reakcji, co zależy również od dokładniejszego kontaktu pomiędzy kwasem siarkowym i trójchloroetylenem.

Najskuteczniej operować z kwasem

siarkowym o stężeniu 90—93% i w temperaturze 160—180°.

Powstający kwas monochlorooctowy pozostaje rozpuszczonym w kwasie siarkowym i może być oddzielony od niego destylacją przy odpowiednim ciśnieniu. Kwas solny, wydzielający się w postaci gazu, pochłaniają specjalne aparaty.

Przykład.

Rurę pionową napełnioną pumeksem ogrzewamy do mniej więcej 160° i wpuściliśmy prawie jednocześnie kroplami 100 g tróchloroetyleny i 450 g kwasu siarkowego 92%-go. Ten ostatni odpływa wraz z rozpuszczonym w sobie kwasem monochlorooctowym z dolnego końca rury, poczem zostaje poddany destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem. Pary kwasu monochlorooctowego, otrzymane podczas destylacji, wydają po kondensacji 57 g kwasu monochlorooctowego krystalicznego. Reakcja daje jednocześnie około 45 części gazu chlorowodorowego, pochłanianego przez wodę. Można posiłkować się z tym samym skutkiem i innymi metodami rozdzielania. Na przykład, kwas monochlorooctowy może być porywany przez przejście prądu gazu, np. chlorowodorowego, albo przez pary obojętne.

Wreszcie kwas monochlorooctowy można wyciągać z roztworu kwasu siarkowego, uprzednio rozcieńczonego odpowiednią ilością wody, eterem lub jakimkolwiek rozpuszczalnikiem obojętnym, przez dodanie alkoholu do roztworu kwasu monochlorooctowego, otrzymanego w czasie reakcji w kwasie siarkowym, a przez destylację otrzymuje się odpowiedni ester bez potrzeby izolowania kwasu monochlorooctowego. Dodanie alkoholu etylowego wytwarza monochlorooctan etylu. Łączenie się w aparatach, z jednej strony kwasu siarkowego i wody, którą tenże zawiera (50 — 66° Bé),

a z drugiej strony—węglowodoru chlorowanego, wytwarza się przez przetłaczanie gazu (bąblenie płynu), przez rozpylanie, czy też przez krążenie poprzez wąską przestrzeń lub przez ciała porowate.

Kwas siarkowy, używany w tym przepisie, może zawierać kwas monochlorooctowy bez obawy zatury własności hydrolizujących. Zamiast działać kwasem siarkowym o koncentracji odpowiedniej, najdogodniejszej pomiędzy 90—93%, na tróchloroetylen gazowy, można również rozpuścić chlorek węglowodoru w oleum, albo w kwasie siarkowym o koncentracji pozwalającej rozpuścić się tróchloroetylenowi; następnie dodać odpowiednią ilość wody, ażeby sprowadzić kwas siarkowy do koncentracji jaka zapewnia hydrotację tróchloroetyleny i ogrzewać w temperaturze podanej wyżej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu kwasu monochlorooctowego, znamieny przez hydratację tróchloroetyleny zapomocą kwasu siarkowego w podwyższonej temperaturze.

2. Sposób wyrobu kwasu monochlorooctowego według zastrz. 1, znamieny połączeniem tróchloroetyleny gazowego z kwasem siarkowym przez bąblenie, rozpylanie, lub przez krążenie w przestrzeniach wąskich lub przez ciała porowate.

3. Sposób według zastrz. 1, tem znamieny, że się rozpuszcza tróchloroetylen w oleum, albo w kwasie siarkowym odpowiedniej koncentracji, i dodaje wody do kwasu siarkowego dla otrzymania odpowiedniej koncentracji, ażeby zapewnić reakcję hydratacji tróchloroetyleny, a następnie ogrzewa w odpowiedniej temperaturze.

4. Sposób zrealizowania przepisów według zastrz. 1, 2 i 3, tem znamieny, że tworzący się kwas monochlorooctowy oddziela się przez destylację lub

przez działanie strumienia gazu lub par obojętnych, jak na przykład, gazu chlorowodorowego, albo, wychodząc z roztworu rozcieńczonego kwasu siarkowego, zapomocą eteru lub innego rozpuszczalnika obojętnego, przyczem kwas solny, wytwarzający się w czasie re-

akcji, skierowany zostaje do aparatów pochłaniających.

5. Fabrykacja estrów kwasu monochlorooctowego tem znamienna, że się dodaje odpowiedniego alkoholu do roztworu kwasu monochlorooctowego w kwasie siarkowym i mieszaninę destyluje.

**Cie des Produits Chimiques d'Alais &
de la Camargue.**

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.