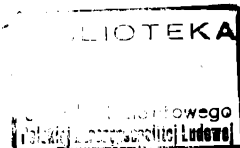


2

Warszawa, 17 lutego 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24296.

Kl. 12 o, 12.

Usines de Melle Société Anonyme
(Melle, Francja)
i Henri Martin Guinot
(Melle, Francja).

Sposób oddzielania bezwodnika kwasu octowego.

Zgłoszono 11 grudnia 1934 r.

Udzielono 19 grudnia 1936 r.

Pierwszeństwo: 12 grudnia 1933 r. (Francja).

Wiadomo, że można otrzymać mieszaninę, składającą się z bezwodnika kwasu octowego, kwasu octowego i wody, przez pyrogenacyjne odwodnienie kwasu octowego.

Dotychczas w celu wydzielenia bezwodnika z mieszaniny tej stosowano destylację w próżni. Umożliwiało to utrzymywanie mieszaniny w temperaturze niskiej, przez co zmniejszała się szybkość rozkładania bezwodnika kwasu octowego za pomocą wody. W ten sposób oddzielano jako przedgon wodę zawierającą większą lub mniejszą ilość kwasu i odzyskiwano wreszcie kwas octowy o dużym stężeniu, bez-

wodnik zaś pozostawał jako niedogon. Sposób ten nie dawał zbyt dobrych rezultatów, ponieważ woda destylująca jako przedgon zawiera kwas, destylujący zaś tuż za nią kwas octowy nie był nigdy całkowicie pozbawiony wody, co znacznie ograniczało skuteczność późniejszego odwadniania pyrogenacyjnego, któremu poddawano kwas odzyskany w ten sposób.

Proponowano również sposoby frakcjonowanego skraplania w obecności węglowodorów lub pochodnych chlorowych, lecz sposoby te nie udoskonaliły metody destylacji w próżni, która jest najbardziej pożądana pod względem technicznym.

Sposób według wynalazku niniejszego polega na dodawaniu do mieszaniny przeznaczonej do rozdzielania znacznej ilości rozpuszczalnika nie reagującego z obecnymi w mieszaninie odczynnikami i nie tworzącego mieszaniny azeotropowej ani z kwasem octowym, ani z bezwodnikiem. Rozpuszczalnik ten obniża przede wszystkim punkt wrzenia mieszaniny bez stosowania próżni, następnie porywa ze sobą wodę, dzięki tworzeniu z nią mieszaniny azeotropowej, nie porywając ani kwasu octowego, ani bezwodnika. Dopiero po całkowitym usunięciu wody za pomocą destylacji usuwa się rozpuszczalnik; pozostałość tworzy bezwodny kwas octowy i bezwodnik, które to substancje można łatwo oddzielić od siebie; w przemyśle mieszaninę tę można stosować do pewnych celów oddzielając w razie potrzeby częściowo kwas.

Chcąc otrzymać czysty bezwodnik mieszaninę frakcjonuje się. W ten sposób oddziela się również kwas w stanie całkowicie bezwodnym, wskutek czego pyrogenację późniejszą tego kwasu odzyskanego można przeprowadzić z maksymalną wydajnością.

Jako rozpuszczalnik można stosować estry octowe, np. octan etylowy, propylowy lub izopropylowy, które nie reagują z kwasem octowym i bezwodnikiem i nie tworzą z nim mieszanin azeotropowych.

Oddzielanie bezwodnika kwasu octowego według wynalazku niniejszego można przeprowadzać bądź okresowo, bądź w sposób ciągły. Korzystnie jest jednak oddzielać go sposobem ciągłym, co umożliwia zmniejszenie do minimum rozkładu bezwodnika podczas tej czynności.

Fig. 1 i 2 przedstawiają schematycznie aparaturę umożliwiającą wykonywanie wynalazku.

Kolumna destylacyjna 2 załadowana stale pewną ilością octanu etylowego stanowiącego rozpuszczalnik jest zaopatrzona u dołu w grzejnik 3 i jest zasilana przewo-

dem 1 mieszaniną składającą się z bezwodnika kwasu octowego, kwasu octowego i wody. Z chwilą wprowadzenia tej mieszaniny do kolumny temperatura w górnej części kolumny zmniejsza się z 77° do $70,45^{\circ}$, to jest do punktu wrzenia mieszaniny dwuskładnikowej: woda — octan etylowy. Mieszanina wody i octanu etylowego destyluje i skrapla się w skraplaczu 4; część skroplin spływa przewodem 5 z powrotem do kolumny, część zaś zostaje skierowana przewodem 6 do naczynia dekantacyjnego 7, w którym tworzą się dwie warstwy. Warstwę górną zasobną w octan etylowy doprowadza się z powrotem przewodem 8 do kolumny, drugą zaś warstwę usuwa się przewodem 9.

Mieszanina zasilająca kolumnę odwadnia się szybko spływając z półki na półkę, a więc i rozkład bezwodnika kwasu octowego wodą występuje tylko w stopniu nieznacznym, zwłaszcza że temperatura wrzenia panująca na różnych półkach jest niewysoka, wskutek znacznego nadmiaru octanu etylowego w stosunku do kwasu i bezwodnika.

Zmieniając intensywność ogrzewania u dołu kolumny 2 można zmieniać dowolnie ilość octanu w stosunku do cieczy zasilającej.

Ostatecznie, u spodu kolumny 2 otrzymuje się mieszaninę całkowicie odwodnioną składającą się z octanu etylowego, kwasu octowego i bezwodnika kwasu octowego. Mieszaninę tę odprowadza się przewodem do kolumny 11 ogrzewanej u dołu za pomocą grzejnika 12. W górnej części kolumny 11 oddziela się octan etylowy, który kieruje się przewodem 13 do skraplacza 14; część tej cieczy spływa z powrotem przewodem 15 do kolumny 11, druga zaś część płynie przewodem 16 do kolumny 2, co pozwala na utrzymywanie ładunku tej kolumny na stałym poziomie. Mieszaninę kwasu i bezwodnika doprowadza się przewodem 17 do kolumny 18 ogrzewanej u do-

łu za pomocą grzejnika 21, w której bezwodny kwas octowy oddziela się jako przedgon (przewodem 19), bezwodnik kwasu octowego zaś jako niedogon (przewodem 20).

Jak wskazuje fig. 2, kolumny 2 i 11 można połączyć w jedną kolumnę 2'.

W tym przypadku wystarczy umieścić w aparacie jeden raz ciecz pomocniczą — octan etylowy — w takiej ilości, aby wszystkie części kolumny, w której zachodzi odwadnianie, były zaopatrzone w dostateczną ilość tego rozpuszczalnika, i utrzymywać na dole kolumny 2 temperaturę co najmniej 118°C (temperaturę wrzenia kwasu octowego), co wskazuje, że mieszanina znajdująca się na dole nie zawiera już octanu etylowego.

Proces według wynalazku niniejszego można prowadzić również pod ciśnieniem różnym od ciśnienia atmosferycznego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oddzielania bezwodnika kwasu octowego zawartego w mieszaninach otrzymywanych np. przez odwadnianie pyrogenacyjne kwasu octowego i składają-

cych się z bezwodnika kwasu octowego, kwasu octowego i wody, znamienny tym, że mieszaninę tę przede wszystkim odwadnia się za pomocą destylacji w obecności znacznej ilości rozpuszczalnika, obniżającego znacznie punkt wrzenia mieszaniny, niewrażliwego na działanie bezwodnika i kwasu octowego i nie tworzącego z tymi substancjami mieszanin azeotropowych, tworzącego natomiast mieszaninę azeotropową z wodą, po czym tak odwodnioną mieszaninę bezwodnika i kwasu octowego rozdziela się na jej składniki np. za pomocą destylacji.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że pracę prowadzi się pod ciśnieniem różnym od ciśnienia atmosferycznego.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że jako rozpuszczalnik stosuje się octan etylowy, propylowy lub izopropylowy.

Usines de Melle
Société Anonyme.
Henri Martin Guinot.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig. 1

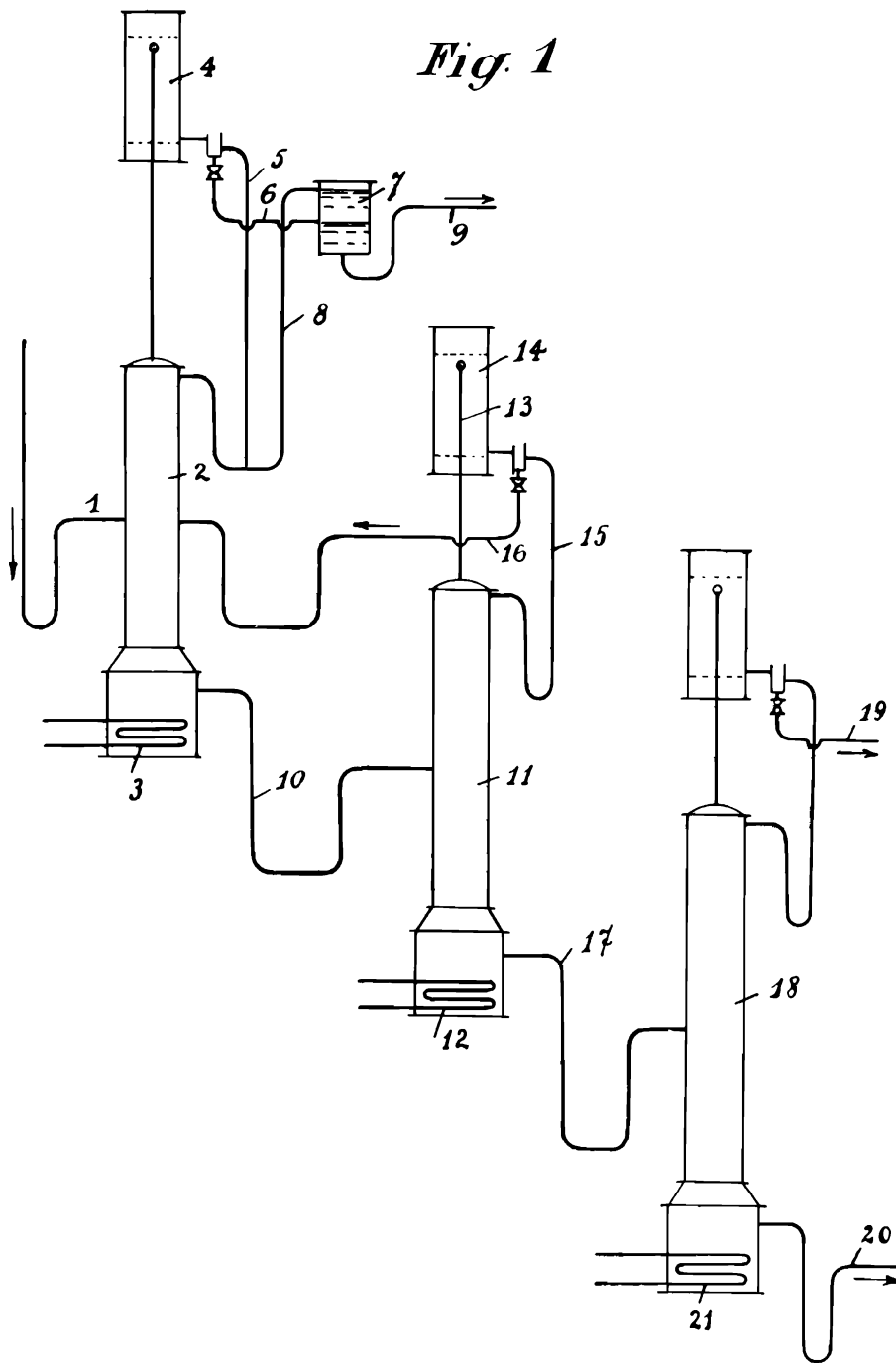


Fig. 2.

