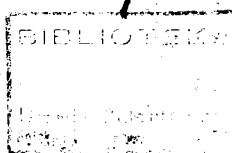


URZĄD PATENTOWY



C07c 53/08

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 6127.

Kl. 12 o 12.

Holzverkohlungs-Industrie Actien-Gesellschaft
(Konstancja, Niemcy).

Sposób wyrobu stężonego kwasu octowego.

Zgłoszono 19 kwietnia 1926 r.

Udzielono 22 października 1926 r.

Pierwszeństwo: 17 czerwca 1925 r. (Niemcy).

Stężanie kwasu octowego, np. surowego octu drzewnego, odbywa się w praktyce w ten sposób, że rozrzedzony kwas octowy przeprowadza się naprzód w roztwór octanu wapniowego, który się odparowuje a suchą sól rozkłada za pomocą stężonego kwasu siarkowego.

W myśl wynalazku estryfikuje się rozcieńczony kwas octowy za pomocą alkoholi, np. alkoholu metylowego lub etylowego, poczem przez zmydlenie estru z małą ilością wody otrzymuje się stężony kwas octowy.

Estryfikacja kwasu octowego jest znana od dawna; np. estryfikacja surowego octu drzewnego celem otrzymania rozpuszczalników była już technicznie spożytkowana;

natomiast nie próbowano stężyć kwasu octowego przez zmydlenie estrów z małą ilością wody. Ponieważ równowaga przy zmydleniu estrów z małą ilością wody jest niekorzystna, bo przez zmydlenie, np. 1 mol etylowego estru kwasu octowego przez 1 mol wody otrzymuje się zaledwie $\frac{1}{3}$ stechiometrycznie obliczonego kwasu, więc metodę tę uważano za niemożliwą do przyjęcia. Mimo to próby praktycznego zastosowania tej metody wykazały zalety równoważące wyżej wymienioną wadę.

Wspomniana na wstępie metoda wapniowa stężania kwasu octowego wymaga prze-miany roztworu octanu wapniowego na octan wapniowy w stanie stałym, to znaczy wymaga odparowania wody. Ponieważ cie-

plu parowania wody jest wielkie, więc odparowanie wymaga dużej stosunkowo ilości paliwa, tem większej im bardziej rozcieńczony jest roztwór pierwotny. Według nowej metody zamiast odparowywania wody zachodzi potrzeba odparowania alkoholu i estru nierozłożonego w czasie procesu zmydiania.

Okazało się, że ilość ciepła w drugim wypadku jest znacznie mniejsza od ilości ciepła potrzebnego do odparowania wody, przyczem zysk jest tem większy im bardziej rozcieńczony jest przeraźniany kwas pierwotny. Korzystne jest również to, że w procesie według nowej metody ma się do czynienia tylko z cieczami, co ogromnie upraszcza pracę, zwiększa ekonomję ciepła i zmniejsza straty. Zalety te są jasne gdy się tylko pomyśli o transporcie wapna, octanu wapniowego i gipsu oraz o stratach wynikających stąd, że gips zatrzymuje pewną ilość kwasu octowego.

Dalszą zaletą nowej metody w porównaniu z metodą wapniową jest znaczna oszczędność na kwasie siarkowym.

Nowa metoda nadaje się do przeróbki rozcieńczonego kwasu octowego dowolnego pochodzenia, więc także odpadków tych kwasów. Szczególnie korzystną jest przeróbką mieszanin, które, jak np. surowy ocet drzewny, zawierają oprócz kwasu octowego także inne składniki. Przy przeróbce znaną metodą drzewno-wapniową, homologów kwasu octowego zawarte w surowym occie drzewnym, pozostają jak wiadomo w wapnie drzewnym, więc przy rozkładzie tego ostatniego przechodzą oczywiście w stężony kwas. Przy przeróbce nową metodą można otrzymywać bardzo prostym sposobem czyste stężone kwasy i jeszcze spożytkować ewentualne zanieczyszczenie materiału pierwotnego (np. surowego octanu drzewnego).

Nowa metoda w zastosowaniu np. do surowego octu drzewnego przedstawiała się następująco:

Surowy ocet drzewny, w którym zawartość alkoholu metylowego nie jest wystarczająca do zestryfikowania istniejących w nim kwasów, poddaje się estryfikacji po dodaniu potrzebnej ilości alkoholu metylowego. Z otrzymanej w ten sposób mieszaniny estrów można uzyskać metylowy ester kwasu octowego np. przez zwykłą rektyfikację. Czysty ester kwasu octowego zmydla się przez dodanie ograniczonej ilości wody. Okazało się, że bardzo dobrze jest przeprowadzać zmydlenie w obecności jakiegoś silnego kwasu. Bardzo dobrym do tego celu jest kwas siarkowy, bo może być potem łatwo oddzielony od wytworzonego kwasu octowego. Po procesie zmydlenia z dodatkiem wody i małej ilości kwasu siarkowego, poddaje się otrzymaną mieszaninę (po ewentualnem zubożeniu kwasu siarkowego) destylacji zapomocą np. wapna, albo sody żrącej, sody, lub octanu wapnia, albo octanu sodu. Destylat zawiera całą ilość niezmydlonego estru i alkoholu powstałego wskutek zmydlenia, oraz nieco wody. Kwas octowy pozostały w bani destylacyjnej można jeszcze raz przedestylować, otrzymując jako destylat silnie stężony, czysty kwas octowy.

Mieszaninę estrów i alkoholu, powstającą w czasie opisanego procesu, wyzyskuje się zpowrotem dla procesu np. w ten sposób, że mieszaninę tę rozkłada się znany sposóbem na jej składniki, potem spożytkowuje się otrzymany alkohol do estryfikacji, a estrów do procesu zmydlenia.

W czasie zmydlenia powstają estry homologów kwasu octowego, które w myśl opisaney metody oddziela się przed zmydleniem od estru kwasu octowego; estrów tych można użyć w procesie jako takich, albo też można je poddać dalszej przeróbce, np. zmydlać je celem otrzymania odpowiednich kwasów.

Zamiast przerabiać surowy ocet drzewny na octan metylowy można też przerażać go np. w ten sposób, że naprzód uwa-

nia go się znaną metodą, od alkoholu metylowego, a potem zawarte w nim kwasy estryfikuje się zapomocą innego alkoholu np. etylowego. Otrzymaną w ten sposób mieszaninę można potem przerabiać dalej wyżej opisaną metodą. Można też wyrabiać mieszane estry i przerabiać je w myśl wynalazku np. w ten sposób, że surowy ocet drzewny z dodatkiem jakiegoś alkoholu niemetylowego, więc np. etylowego, poddaje się estryzacji.

Opisany przykład praktycznego przeprowadzenia nowej metody wykazuje, że poszczególne procesy można z sobą zespolić w jeden proces ciągły, wskutek czego ciecze odbywają ruch krążący, który można im nadawać najłatwiej zapomocą pomp.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyrobu stężonego kwasu octowego, znamienny tem, że rozcieńczony kwas octowy poddaje się znaną metodą estryfikacji zapomocą alkoholu, a otrzyma-

ny ester kwasu octowego zmydla się z ograniczoną ilością wody i z dodatkiem silnego kwasu, najlepiej siarkowego, poczem uwolniony kwas octowy oddziela się od nierozłożonych estrów i od alkoholu, np. przez destylację, poczem ewentualnie przerabia go się jeszcze dalej znanymi metodami.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że mieszaniny, które—jak np. surowy ocet drzewny—obok kwasu octowego zawierają jeszcze inne kwasy, przerabia się w myśl zastrz. 1, a wytworzony ester kwasu octowego przerabia się oddzielnie od równocześnie powstałych estrów innych kwasów, przyczem estry te (innych kwasów) spożytkowuje się jako takie, albo też przez dalszą przeróbkę uzyskuje się z nich kwasy metodą np. podług zastrz. 1.

Holzverkohlungs-Industrie
Actien-Gesellschaft.

Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.