

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

69 769

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12o,19/03

Zgłoszono: 05.04.1968 (P. 126 257)

Pierwszeństwo: 05.04.1967 Niemiecka
Republika
Federalna

Zgłoszenie ogłoszono: 30.11.1972

Opis patentowy opublikowano: 04.06.1974

MKP C07c 67/04

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Kurt Sennewald, Wilhelm Vogt, Heinz Espen-
bach, Hermann Glaser

Uprawniony z patentu: Knapsack Aktiengesellschaft, Knapsack k/Kolonii
(Niemiecka Republika Federalna)

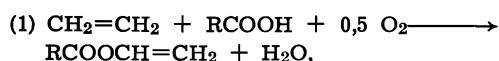
Sposób wytwarzania estrów winylowych kwasów karboksylowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania estrów winylowych kwasów karboksylowych z etylenu, kwasów karboksylowych alifatycznych lub aromatycznych i tlenu w fazie gazowej w obecności katalizatora.

Znane jest wytwarzanie estrów winylowych kwasów karboksylowych w reakcji etylenu i alifatycznego lub aromatycznego kwasu karboksylowego z tlenem molekularnym względnie powietrzem w fazie gazowej w podwyższonej temperaturze w obecności katalizatora osadzonego na nośniku, który zawiera metaliczny pallad i ewentualnie jeszcze metaliczną platynę, rod, ruten, iryd, miedź, srebro, złoto, cynk, kadm, cynę, ołów, chrom, molibden, wolfram, żelazo, kobalt lub nikiel oraz karboksylan metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych. Jako nośnik stosuje się kwas krzemowy, ziemię okrzemkową, żel kwasu krzemowego, tlenek glinu, krzemian glinu, fosforan glinu, pumeks, węgiel krzemu, azbest lub węgiel aktywny.

Opisana reakcja zachodzi według znanego równania:



w którym R oznacza rodniki alifatyczne, cykloalifatyczne lub aromatyczne zawierające do 17 atomów węgla, przy użyciu wymienionych katalizatorów palladowych osadzonych na nośniku. W ten

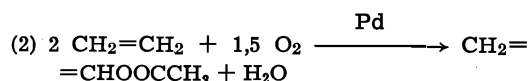
2

sposób otrzymuje się np. szczególnie ważny octan winylu w reakcji etylenu, kwasu octowego i tlenu.

Wadą znanych sposobów jest to, że wymagają one zwykle osobnego urządzenia dla wytwarzania substratu wyjściowego-kwasu karboksylowego, np. kwasu octowego, z aldehydu, np. aldehydu octowego. Również otrzymywanie aldehydu octowego z etylenu prowadzi się w innym urządzeniu. I tak np. dotychczas wytwarzanie octanu winylu wymagało stosowania trzech oddzielnych urządzeń.

Szczególnie korzystna i o dużym znaczeniu przemysłowym byłaby możliwość wytwarzania w jednym urządzeniu i przy użyciu tego samego katalizatora w fazie gazowej zarówno nienasyconego estru winylowego kwasu karboksylowego z etylenu, kwasu karboksylowego i tlenu np. z powietrza, jak też równocześnie kwasu octowego z aldehydu octowego wytworzonego z etylenu.

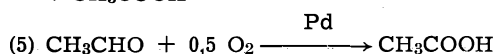
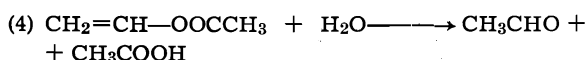
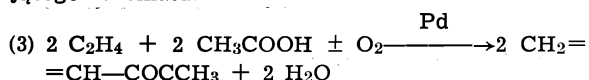
Reasumując byłoby korzystne przeprowadzenie w fazie gazowej, syntezy np. octanu winylu według następującego równania sumarycznego



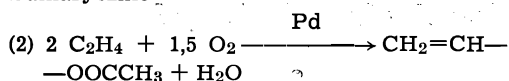
Z wyłożeniowego opisu patentowego NRF nr 1.230.009 wiadomo, że otrzymuje się niewielkie ilości aldehydu octowego z etylenu i powietrza przy użyciu zawieszonego w wodzie katalizatora palladowego osadzonego na węglu aktywnym w

procesie prowadzonym pod wysokim ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze, stosując dodatek octanu manganawego, (Mn^{II}) otrzymuje się obok aldehydu octowego także kwas octowy i octan winylu. Przytoczony proces prowadzono w fazie ciekłej w sposób okresowy.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że całą ilość lub część kwasu karboksylowego, np. kwasu octowego niezbędną do syntezy estru winylowego kwasu karboksylowego, w szczególności octanu winylu, według równania (1) można otrzymać przez hydrolizę części utworzonego estru winylowego kwasu karboksylowego, zwłaszcza octanu winylu, prowadzącą do aldehydu octowego i kwasu karboksylowego np. kwasu octowego. Powstający przejściowo aldehyd octowy jest na tym samym katalizatorze utleniany tlenem do kwasu octowego. W przypadku wytwarzania octanu winylu według wynalazku reakcja zachodzi prawdopodobnie według następującego schematu:



Sumarycznie



Stosując sposób według wynalazku jest więc możliwe, przez zastosowanie wodnego roztworu zamiast czystego kwasu octowego utrzymywanie w obiegu stałej ilości kwasu octowego, ponieważ kwas octowy zużyty według równania (3) jest ciągle uzupełniany kwasem powstającym zgodnie z równaniami (4) i (5), tak że sumaryczny proces zachodzi według równania (2).

Znany sposób wytwarzania estrów winylowych kwasów karboksylowych polega na tym, że do aparatu wyparnego wprowadza się etylen oraz alifatyczny lub aromatyczny kwas karboksylowy. Mieszaninę par poddaje się reakcji z tlenem w temperaturze 120—250°C, korzystnie 150—200°C i pod ciśnieniem 1—20 ata, stosując opisane wyżej katalizatory zawierające pallad osadzony na nośniku. Z opuszczającej reaktor mieszaniny gazów usuwa się przez oziębienie składniki kondensujące, otrzymując kondensat składający się z utworzonego estru winylowego kwasu karboksylowego, zwłaszcza octanu winylu, z nieprzereagowanego kwasu karboksylowego, np. kwasu octowego i wody. Ponadto kondensat zawiera zawsze pewną ilość aldehydu octowego, powstałego w wyniku hydrolizy utworzonego estru winylowego kwasu karboksylowego. Kondensat ten poddaje się w znany sposób destylacji.

Tworzący z wodą azeotrop, ester winylowy kwasu karboksylowego w warunkach destylacji ulega częściowej hydrolizie, w wyniku czego podczas destylacji występują pewne nieuniknione straty wydajności. Odzyskiwanie w czystej postaci po-

wstającego w wyniku hydrolizy aldehydu octowego wiąże się z koniecznością poniesienia dodatkowych nakładów na aparaturę, co czyni cały sposób nieekonomicznym, ponieważ uzyskiwane ilości aldehydu, powstającego w wyniku hydrolizy, są nieznaczne. Tak więc, np. podczas destylacji kwasu octowego zawierającego wodę i octan winylu około 1% destylującego octanu winylu hydrolizuje w aparaturze destylacyjnej do aldehydu octowego i kwasu octowego. Ogólnie w większości przypadków odzyskiwanie powstającego w wyniku hydrolizy aldehydu octowego jest nieopłacalne ze względu na koszty aparaturowe.

W procesie utleniania aldehydu octowego na kwas octowy na tym samym katalizatorze, według równania (5), możliwe jest więc wykorzystanie aldehydu octowego, powstającego podczas destylacji, dzięki czemu bez dodatkowych nakładów na aparaturę można osiągnąć zwiększenie sumarycznej wydajności procesu.

Stwierdzono ponadto nieoczekiwanie, że zawracany do reaktora aldehyd octowy nie musi występować w postaci czystej, lecz może zawierać obok wody także znaczne ilości octanu winylu i przez zawracanie do reakcji zgodnie ze sposobem według wynalazku aldehydu octowego, zawierającego wodę i octan winylu, można obniżyć nakłady na destylację, związane z wydzielaniem aldehydu octowego z produktów reakcji i jednocześnie uzyskać w tej samej aparaturze część kwasu octowego potrzebnego do syntezy, co jest istotną cechą sposobu według wynalazku.

Aldehyd octowy utleniany do kwasu octowego może powstawać zarówno w wyniku hydrolizy octanu winylu podczas destylacji, jak również w wyniku hydrolizy octanu winylu w reaktorze. Ponadto szczególnie korzystne jest prowadzenie procesu, jeżeli poddawany reakcji w reaktorze aldehyd octowy i kwas octowy wytwarza się przez dodanie określonej ilości wody do utworzonego octanu winylu poza reaktorem własnej we strefie hydrolitycznej urządzenia.

Jako alifatyczny lub aromatyczny kwas karboksylowy stosuje się kwas octowy, kwas propionowy, kwas masłowy, kwas izomasłowy, kwas izowalerianowy, kwas laurynowy, kwas palmitynowy, kwas stearynowy lub kwas benzeosowy. Jako katalizatory stosuje się omówione wyżej znane katalizatory. Szczególnie korzystnym okazał się katalizator osadzony na nośniku, zawierający 0,1—60% wagowych palladu, korzystnie 0,5—20% wagowych, 0,01—10% wagowych złota, korzystnie 0,1—20% wagowych oraz 0,1—20% wagowych metalu alkalicznego lub metalu ziem alkalicznych, korzystnie 0,5—10% wagowych, w postaci soli kwasów karboksylowych, np. mrówczanów lub octanów, lub też w postaci innych związków, jak np. wodorotlenki, węglany, azotyny lub fosforany, które w warunkach reakcji tworzą sole kwasów karboksylowych.

Katalizator osadzony na nośniku powinien zawierać 1—60%, korzystnie 10—50% gramoatomu złota w przeliczeniu na sumę gramoatomów palladu i złota. Zawarte w katalizatorze osadzonym na nośniku sole kwasów karboksylowych mogą być

solami sodu, potasu, rubidu, cezu, magnezu i/lub wapnia. Sole metali alkalicznych i metali ziem alkalicznych kwasów karboksylowych mogą być również solami stosowanego, w danym przypadku, kwasu karboksylowego. Korzystnymi nośnikami są nośniki wymienione wyżej.

W sposobie według wynalazku jest bez znaczenia, czy aldehyd octowy powstający według równania (4) ma inną liczbę atomów węgla lub inną strukturę niż kwas karboksylowy, np. kwas propionowy, użyty do wytwarzania estru winylowego kwasu karboksylowego, np. propionianu winylu. W tym przypadku powstający podczas utleniania według równania (5), kwas octowy, występuje w mieszaninie reakcyjnej zasadniczo w postaci wolnej, obok estru winylowego kwasu karboksylowego, np. propionianu winylu oraz nadmiaru kwasu karboksylowego, np. kwasu propionowego, z którego wytwarza się ester, np. propionian winylu.

Kwas octowy wytworzony przez utlenienie aldehydu octowego daje się także przeprowadzić w octan winylowy, jeżeli zostanie on zawrócony z powrotem do reaktora. W tym przypadku otrzymuje się mieszaninę estrów winylowych różnych kwasów karboksylowych, np. propionianu winylu i octanu winylu, która po ustaleniu odpowiedniego stosunku estrów winylowych różnych kwasów karboksylowych w mieszaninie estrów może służyć do otrzymania kopolimerów.

Sposobem według wynalazku estry winylowe kwasów karboksylowych wytwarza się przez reakcję etylenu i wyżej wymienionych kwasów karboksylowych z molekularnym tlenem lub tlenem atmosferycznym w fazie gazowej w wyżej podanych warunkach temperaturowych i ciśnienia oraz w obecności wyżej wymienionych katalizatorów. Reakcję według wynalazku prowadzi się ponadto w obecności aldehydu octowego dodawanego do mieszaniny reakcyjnej.

Po zakończeniu reakcji otrzymany ester winylowy kwasu karboksylowego oddziela się na drodze destylacji w znany sposób i następnie do strefy reakcyjnej zawraca się nieprzereagowany etylen, tlen, kwas karboksylowy wraz z kwasem octowym otrzymanym przez utlenienie aldehydu octowego, dodawanego do mieszaniny wyjściowej.

Aldehyd octowy wprowadzany do mieszaniny reakcyjnej otrzymuje się przez hydrolizę części estru winylowego kwasu karboksylowego, stanowiącego produkt reakcji.

Hydrolizę części estru winylowego prowadzi się za pomocą wody wprowadzonej do strefy reakcji łącznie z substratami reakcji. Ilość wprowadzanej wody wynosi 1—30% wagowych w przeliczeniu na znajdujący się w mieszaninie reakcyjnej kwas karboksylowy. Względnie hydrolizę części estru winylowego kwasu karboksylowego prowadzi się we własnej strefie hydrolizycznej urządzenia, umieszczonej poza reaktorem (przyłączonej do reaktora).

Do strefy reakcyjnej zawraca się również surowy aldehyd octowy, zawierający jeszcze wodę i ester, otrzymany w wyniku hydrolizy podczas kondensacji i destylacji kondensatu.

Przykład I. (porównawczy). Otrzymywanie octanu winylu bez dodatku wody.

1 kg nośnika stanowiącego kwas krzemowy o postaci kuleczek o średnicy 4 mm miesza się z wodnym roztworem, zawierającym 8 g Pd w postaci PdCl_2 oraz 3 g Au w postaci $\text{H}(\text{AuCl}_4)$ i dokładnie nasycza. Następnie suszy się, mieszając, aby uzyskać równomierne naniesienie soli metali szlachetnych na nośnik i następnie wprowadza się suchą masę powoli do 4—5% wagowego roztworu wodzianu hydrazyny w temperaturze 40°C. Po zakończonej redukcji związków metali szlachetnych dekantuje się ciecz, przemywa dokładnie masę destylowaną wodą i nasycza ją 15% wodnym roztworem octanu potasu.

Po zdekantowaniu cieczy suszy się produkt pod obniżonym ciśnieniem w temperaturze 60°C. Katalizator ten zawiera 0,76% Pd, 0,28% Au i 4,2% K (w postaci octanu potasu) i ma ciężar nasypowy 0,54 kg/l. 2400 cm^3 katalizatora umieszcza się w rurze ze stali chromoniklowej 18/8 o średnicy wewnętrznej 14 mm, w której znajduje się rura rdzeniowa z tego samego materiału o średnicy zewnętrznej 14 mm zawierająca termometry oporowe. Reaktor ogrzewa się do temperatury 192°C płaszczem termostadowym. Pod ciśnieniem 6 ata przepuszcza się przez rurę mieszaninę gazów, w ilości 1950 Nl etylenu, 224 Nl tlenu, 492 Nl dwutlenku węgla i 1860 g kwasu octowego na godzinę. Z opuszczającej rurę reakcyjną mieszaniny gazowej oddziela się przez wykroplenie składników kondensujących przez ochłodzenie do temperatury 0°C mieszaninę składającą się z 1495 g kwasu octowego, 520 g octanu winylu, 130 g wody i niewielkiej ilości aldehydu octowego. Obciążenie katalizatora wynosi 217 g octanu winylu na 1 l katalizatora i na 1 godzinę, a wydajność w odniesieniu do 148,5 Nl, tj. 7,6% przereagowanego etylenu, wynosi 91,2%.

Przykład II. Otrzymywanie octanu winylu z dodatkiem wody; hydroliza części utworzonego octanu winylu na aldehyd octowy i kwas octowy oraz utlenienie aldehydu octowego do kwasu octowego.

W ciągu godziny przepuszcza się przez złożo 2400 cm^3 katalizatora opisanego w przykładzie I:

1950 Nl = 49,7% obj. C_2H_4
1860 g = 17,7% obj. CH_3COOH
224 Nl = 5,7% obj. O_2
492 Nl = 12,6% obj. CO_2
450 g = 13,3% obj. H_2O , tj. 24,2%

wagowych w stosunku do stosowanego kwasu octowego, w temperaturze 192°C i pod ciśnieniem 6 ata. Szybkość przepływu gazu reakcyjnego w reaktorze wynosi około 77 cm/sek, a czas przebywania 8 sek. Po skropleniu pod ciśnieniem i następnie po dalszym oziębianiu otrzymuje się 2603 g kondensatu o następującym składzie: 59,5% kwasu octowego (1551 g), 18,40% octanu winylu (480 g) oraz 22,10% wody (572 g), obok nieznacznej ilości aldehydu octowego. Z bilansu kwasu octowego można wyliczyć, że łącznie w wyniku hydrolizy octanu winylu, oraz w wyniku następnego utleniania aldehydu octowego powstało 54 g kwasu octowego. Nie uwzględniając w tych 54 g kwasu octowego 28 g kwasu octowego powstałego bezpośrednio w wyniku hydrolizy octanu winylu, 7,8% tj. 26 g reagujących

335 g kwasu octowego otrzymuje się w wyniku dodania wody powodującej hydrolizę powstałego octanu winylu na aldehyd octowy i następne utlenienie tego aldehydu na kwas octowy. Obciążenie katalizatora wynosi 200 g octanu winylu i 10,8 g kwasu octowego na liter katalizatora i na godzinę.

Ilość otrzymanego octanu winylu (480 g) oraz kwasu octowego (26 g) odpowiada w przeliczeniu na 148,5 Nl, tj. 7,6% przereagowanego etylenu, wydajności wynoszącej 90,6%. 93% aldehydu octowego powstałego w wyniku hydrolizy utlenia się na kwas octowy.

Przykład III (porównawczy). Otrzymywanie propionianu winylu bez dodawania wody.

Przez 1000 cm³ katalizatora przygotowanego w sposób podany w przykładzie I, który zawiera propionian potasu zamiast octanu potasu, przepuszcza się w analogicznych warunkach 500 Nl/godz. etylenu, 500 g/godz. kwasu propionowego i 300 Nl/godz. powietrza. Po skropleniu otrzymuje się około 596 g produktu, który składa się z 21,1% (126 g) propionianu winylu, 0,2% octanu winylu, 72,0% (410 g) kwasu propionowego, 1,76% (10 g) kwasu octowego, 0,2% aldehydu octowego i 4,8% wody. Obciążenie katalizatora wynosi 120 g propionianu winylu na liter katalizatora i na godzinę. Łączna wydajność propionianu winylu i kwasu octowego, w przeliczeniu na przereagowany etylen, wynosi 88%.

Przykład IV. Otrzymywanie propionianu winylu z dodatkiem wody; zmydlenie części utworzonego propionianu winylu na aldehyd octowy i kwas propionowy i utlenienie aldehydu octowego do kwasu octowego.

Przez 1000 cm³ katalizatora opisanego w przykładzie III przepuszcza się w tych samych warunkach 500 Nl/godz. etylenu, 500 g/godz. kwasu propionowego i 300 Nl/godz. powietrza.

Przy obciążeniu katalizatora wynoszącym 120 g kwasu propionowego na liter katalizatora na godzinę, przepuszcza się przez jego złożę wraz z kwasem propionowym dodatkowo 5%, tj. 25 g wody. Po przereagowaniu otrzymuje się około 590 g produktu o następującym składzie: 18,1% (107 g) propionianu winylu, 70,2% (414 g) kwasu propionowego, 2,9% (17,1 g) kwasu octowego, 0,35% octanu winylu, 0,2% aldehydu octowego i 8,25% wody. Obciążenie katalizatora wynosiło 107 g propionianu winylu i 17,1 g kwasu octowego na liter katalizatora na godzinę. Przez stosowanie dodatku 5% wody do kwasu propionowego powstaje w wyniku hydrolizy części utworzonego propionianu winylu i utlenienia powstałego aldehydu octowego dodatkowo 7,1 g kwasu octowego (nie licząc 10 g kwasu octowego powstałego jak w przykładzie III). Łączna wydajność propionianu winylu i kwasu octowego, w odniesieniu do przereagowanego etylenu, wynosi 89%.

Przykład V. Wstępna próba przeprowadzenia hydrolizy octanu winylu w podobnych warunkach prowadzenia reakcji.

Przez 1000 cm³ katalizatora przygotowanego w sposób podany w przykładzie I, przepuszcza się w temperaturze 170°C i pod ciśnieniem 6 ata 800 Nl/godz. etylenu i 600 g mieszaniny, składającej się z 22% (132 g) octanu winylu, 72,3% kwasu octowego i 5,7% wody. Po skropleniu i następnym dalszym

ozębieniu do -80°C otrzymuje się około 600 g produktu o następującym składzie: 18,3% (110 g) octanu winylu, 74,5% CH₃COOH, 1,9% aldehydu octowego i 4,96% wody. W analogicznych warunkach reakcji w obecności wody ulega hydrolizie na aldehyd i kwas octowy 16,7% wprowadzonego do reaktora octanu winylu.

Przykład VI. Otrzymywanie octanu winylu z dodatkiem wody. Hydroliza około połowy utworzonego octanu winylu na aldehyd octowy i kwas octowy we własnej strefie hydrolitycznej urządzenia poza reaktorem oraz utlenienie wytworzonego aldehydu octowego do kwasu octowego.

Gazową mieszaninę w ilości:

3400 Nl	etylenu
1230 Nl = 3 300 g	kwasu octowego
350 Nl	O ₂
740 Nl	CO ₂
112 Nl = 432 g	octanu winylu
112 Nl = 91 g	wody

na godzinę przeprowadzano nad katalizatorem w temperaturze 180°C i pod ciśnieniem 6 ata. 80% octanu winylu ulega hydrolizie na kwas octowy i aldehyd octowy.

Produkty reakcji wprowadza się następnie do właściwej połączonej z poprzednią, strefy reakcyjnej, w której znajduje się 4400 ml katalizatora otrzymanego zgodnie ze sposobem podanym w przykładzie I, zawierającego 0,7% wagowych Pd, 0,3% wagowych Au i 4,7% wagowych K w postaci octanu potasu osadzonego na kwasie krzemowym (SiO₂), jako nośniku. Pod ciśnieniem 6 ata i w temperaturze 180—200°C następuje przemiana utworzonego aldehydu octowego na kwas octowy i jednocześnie reakcja etylenu z kwasem octowym z utworzeniem octanu winylu.

Przez wprowadzenie dodatkowych ilości tlenu utrzymuje się zawartość tlenu w mieszaninie reakcyjnej na poziomie około 6% objętościowych. Zawartość tlenu w gazach odlotowych nie powinna być niższa od 3% objętościowych. Otrzymuje się 4300 g/godzinę kondensatu, który składa się z 767 g octanu winylu, 3285 g kwasu octowego i 238,7 g wody. Tak więc powstały przez hydrolizę aldehyd octowy w 95% ulega przemianie na kwas octowy. Wydajność octanu winylu wynosi 89% w przeliczeniu na przereagowany etylen, stopień przereagowania etylenu wynosi 6,2%.

Obciążenie katalizatora wynosi 154 g octanu winylu na liter i godzinę oraz 52 kg kwasu octowego na liter i godzinę. Ponieważ na godzinę wprowadza się 3300 g kwasu octowego i odzyskuje się 3285 g kwasu octowego, przy pracy metodą ciągłą nie zachodzi potrzeba dodawania świeżego kwasu, wymaga to jednak, aby hydrolizie ulegała co najmniej połowa powstałego octanu winylu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania estrów winylowych kwasów karboksylowych przez reakcję etylenu i kwasu karboksylowego, takiego jak kwas octowy, kwas propionowy, kwas masłowy, kwas izomasłowy, kwas izowalerianowy, kwas laurynowy, kwas pal-

mitynowy, kwas stearynowy lub kwas benzeosowy, z molekularnym tlenem lub tlenem atmosferycznym, w fazie gazowej, w temperaturze 120—250°C w obecności metalicznego palladu osadzonego na nośniku, jako katalizatora oraz aldehydu octowego dodawanego do mieszaniny reakcyjnej, oddzielenie utworzonego estru winylowego kwasu karboksylowego w znany sposób i zawrócenie do strefy reakcyjnej nieprzereagowanego etylenu, tlenu i kwasu karboksylowego wraz z kwasem octowym otrzymanym przez utlenienie aldehydu octowego, dodanego do wyjściowej mieszaniny, **znamienny tym**, że do mieszaniny reakcyjnej wprowadza się aldehyd octowy otrzymany przez hydrolizę części estru winylowego kwasu karboksylowego, stanowiącego produkt reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że hydrolizę części estru winylowego prowadzi się za pomocą wody wprowadzonej do strefy reakcji łącznie z substratami reakcji.
3. Sposób według zastrz. 2. **znamienny tym**, że do poddawanej reakcji mieszaniny gazowej dodaje się 1—30% wagowych wody w stosunku do znajdującego się w niej kwasu karboksylowego.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że hydrolizę części estru winylowego prowadzi się we własnej strefie hydrolitycznej urządzenia poza reaktorem.
5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że do strefy reakcyjnej zawraca się surowy aldehyd octowy zawierający jeszcze wodę i ester, otrzymany w wyniku kondensacji i destylacji kondensatu.