



Opublikowano dnia 25 maja 1955 r.



C07c

53/16

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37300

Kl. 12 o, 12

Spółdzielnia Pracy Chemików „Xenon“*)

Łódź, Polska

Sposób wytwarzania kwasu jednochlorooctowego i urządzenie do wykonywania tego sposobu

Udzielon patentu z mocą od dnia 22 sierpnia 1953 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania kwasu jednochlorooctowego oraz urządzenia do wykonywania tego sposobu.

Znane są różne sposoby wytwarzania kwasu jednochlorooctowego. Posługując się najstarszym sposobem wytwarzania kwasu chlorooctowego z kwasu octowego i chloru gazowego lub chloru siarczyny albo też mieszaniny SO_2 i Cl_2 otrzymuje się jako produkt reakcji mieszaninę zawierającą kwasy jedno-, dwu- i tróchlorooctowy bardzo trudne do rozdzielania. Sposoby te wymagają użycia bardzo skomplikowanej i kosztownej aparatury z powodu dużej agresywności produktów reakcji, wobec czego wyszły one z użycia.

Inne sposoby wytwarzania kwasu jednochlorooctowego polegają na traktowaniu tróchloroetyleny (tri) kwasem siarkowym w obecności wody w temperaturach $160^\circ\text{--}180^\circ\text{C}$ i następnym odprowadzaniu tworzącego się kwasu jednochlorooctowego z parami nieprzereagowanego tri.

Ostateczne wydzielenie czystego kwasu jednochlorooctowego przeprowadza się przez oddestylowanie tri. Odmiany tego samego sposobu polegają na stosowaniu kwasu siarkowego 91—93%owego jak również zastosowaniu zmniejszonego ciśnienia wynoszącego 50 — 400 mm Hg. Znane jest również wytwarzanie kwasu jednochlorooctowego z tri i kwasów arylosulfonowych z domieszką wody.

Powyższe sposoby wymagają stosowania wyższej temperatury, powodującej silne nadgrzanie aparatury. Odprowadzenie wytworzonego kwasu chlorooctowego z parami tri wymaga użycia wielokrotnego nadmiaru tri w stosunku do ilości stechiometrycznych, dzięki czemu w następstwie proces rozdzielania składników wymaga oddestylowania znacznych ilości tri. Stosowanie próżni przedstawia duże trudności aparaturowe, użycie zaś kwasów arylosulfonowych jest zbyt kosztowne.

Przedmiot wynalazku usuwa powyżej wzmian-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Stanisław Galiński i Antoni Kowalski.

2152-2702
kowane trudności przy wytwarzaniu kwasu jednochlorooctowego z tri i kwasu siarkowego w obecności wody przez traktowanie tri kwasem siarkowym w temperaturze niższej od dotychczas stosowanej, zastosowanie stoichiometrycznych ilości tri i wody, prowadzenie procesu pod ciśnieniem normalnym, oraz zastosowanie taniego tworzywa potrzebnego do wykonania aparatury, odpornego na korodujące działanie mieszaniny reakcyjnej, zmniejszenie ilości tri będącego w obiegu, zmniejszenie zużycia kwasu siarkowego na jednostkę kwasu chlorooctowego oraz zmniejszenie ogólnych kosztów wytwarzania.

Sposób według wynalazku polega na wprowadzeniu stechiometrycznych ilości tri i wody do naczynia reakcyjnego, zawierającego kwas siarkowy 98%owy ogrzany do temperatury 135° — 140° C. Nieprzereagowane pary tri wraz z chlorowodem wytworzonym w wyniku reakcji przechodzą przez chłodnicę, w której następuje wykroplenie tri, który powraca do naczynia reakcyjnego, a wytworzony chlorowódór z rozdzielną usuwa się na zewnątrz urządzenia. Proces prowadzi się w ten sposób do chwili otrzymania w naczyniu reakcyjnym mieszaniny o składzie około 55 części H_2SO_4 i 45 części $CH_2Cl.COO.H$. Do naczynia reakcyjnego dopływa równocześnie tri świeży wraz z wodą oraz tri zawrócony po skropleniu jego par.

Po otrzymaniu w naczyniu reakcyjnym mieszaniny o wyżej wspomnianym składzie, przelewa się ją do destylatora i oddestylowuje kwas jednochlorooctowy pod zmniejszonym ciśnieniem, a pozostały w destylatorze kwas siarkowy może być ponownie użyty do reakcji.

Według wynalazku do wykonywania opisanego sposobu stosuje się urządzenie przedstawione przykładowo na rysunku, przy czym przedstawia ono schematycznie część aparatury służącą do wytwarzania mieszaniny kwasu chlorooctowego z kwasem siarkowym. Wydzielanie kwasu jednochlorooctowego z mieszaniny reakcyjnej przeprowadza się w typowej aparaturze do destylacji próżniowej.

Do reaktora 1, zawierającego kwas siarkowy, doprowadza się od dołu ze zbiorników 4 i 5 tri i wodę. Reaktor posiada płaszczyznę grzejną do pary, za pomocą której utrzymuje się w reaktorze temperatura 135° — 140° C. Nieprzereagowany tri w postaci par przepływa do chłodnicy 2 wraz z chlorowodem, który jest wydzielany w rozdzielaczu 3, skroplony zaś tri powraca do reaktora 1.

Według wynalazku najkorzystniejszym do wyrobu reaktora i destylatora jest żeliwo o następującym składzie chemicznym:

Fe	96,1	—	96,4%
P	1,0	—	0,8%
Si	2,2%		
Mn	0,7	—	0,5%

oraz siarka 0,008% maksymalnie. Przewody doprowadzające tri i wodę oraz tri powrotny są wykonane według wynalazku z żelazokrzemu aż do poziomu cieczy w naczyniu reakcyjnym.

Przykład. Do reaktora 1 o pojemności 250 l zawierającego 200 kg 98%-ego H_2SO_4 w temperaturze 135° — 140° doprowadza się tri i wodę w ilościach stechiometrycznych z szybkością wynoszącą 6 litrów tri oraz około 2,3 litra wody na godzinę.

Po otrzymaniu w reaktorze mieszaniny reakcyjnej o składzie około 55 części H_2SO_4 i 45 części kwasu jednochlorooctowego zamyka się dopływ tri i wody i po zakończeniu cyrkulacji tri, przelewa się ją do destylatora i poddaje destylacji. Otrzymuje się około 170 kg kwasu jednochlorooctowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania kwasu jednochlorooctowego przez działanie kwasem siarkowym na trójkloroetylen w obecności wody w temperaturze 140° C przy ciągłym obiegu trójkloroetyleny, znamienne tym, że do kwasu siarkowego o stężeniu 98% doprowadza się trójkloroetylen z obiegu, trójkloroetylen świeży oraz wodę w takich ilościach aby doprowadzona mieszanina zawierała stechiometryczne ilości trójkloroetyleny i wody i prowadzi reakcję aż do osiągnięcia mieszaniny o składzie około 45 części kwasu jednochlorooctowego i około 55 części kwasu siarkowego, którą rozdziela się przez destylację.
2. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1, znamienne tym, że naczynie reakcyjne zbudowane jest z żeliwa o następującym składzie chemicznym: żelazo 96,1 — 96,4%, krzem 2,2%, fosfor 1,0 — 0,8%, mangan 0,7 — 0,5%, siarka 0,008%.
3. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1, znamienne tym, że dolna część przewodów doprowadzających do naczynia reakcyjnego trójkloroetylen i wodę wykonana jest z żelazokrzemu do wysokości poziomu cieczy w naczyniu reakcyjnym.

Spółdzielnia Pracy
Chemiczków „Xenon”

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

