

URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 17747.

Kl. 12 o 12.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).**Sposób wytwarzania bezwodnika kwasu octowego.**

Zgłoszono 13 stycznia 1931 r.

Udzielono 21 grudnia 1932 r.

Znaleziono, że wytwarzanie bezwodnika kwasu octowego z kwasu octowego lodowatego i chlorobezwodnika kwasu octowego lub ciał, tworzących chlorobezwodnik kwasu octowego, można przyspieszyć i przeprowadzić w sposób nadzwyczajnie wydajny i ciągły, skoro składniki wprowadzić w reakcję z samego początku w temperaturze, leżącej blisko temperatury wrzenia bezwodnika kwasu octowego, i w obecności wrzącego bezwodnika kwasu octowego. Odbywa się to najlepiej przez wprowadzenie składników reakcyjnych do kolumny o ruchu ciągłym, w której wznoszące się pary bezwodnika kwasu octowego i spływający zpowrotem zagęszczony bezwodnik kwasu octowego, a

więc produkt końcowy reakcji, znajdują się zawsze i już od samego początku w pewnym nadmiarze względem jeszcze niepołączonych składników wstępujących, tak że temperatura mieszaniny reakcyjnej leży od samego początku ciągle nad temperaturą wrzenia kwasu octowego lodowatego (tembardziej nad temperaturą wrzenia chlorobezwodnika kwasu octowego). Kwas octowy lodowaty i chlorobezwodnik kwasu octowego można wprowadzać w stanie płynnym lub gazowym w prądzie równoległym lub w przeciwnym. Przed rozpoczęciem procesu ciągłego wlewa się do zaopatrzonego w przelew kociołka destylacyjnego przed wprowadzeniem składników reakcyjnych do kolumny taką ilość bezwod-

nika kwasu octowego, aby można było ogrzać kolumnę zapomocą pary bezwodnika kwasu octowego.

Dalej stwierdzono, że nietylko jest możliwem, ale nawet bardzo korzystnem dodawanie składników w stosunku prawie stechiometrycznym, a nawet z małym nadmiarem chlorobezwodnika kwasu octowego. Unikanie nadmiaru kwasu octowego ułatwia i przyspiesza wytwarzanie bezwodnika, ponieważ nie jest koniecznem oddzielanie większej ilości kwasu octowego lodowatego od bezwodnika zapomocą destylacji cząstkowej. Nieznaczne ilości składników wyjściowych, które nie wzięły udziału w reakcji, zostają skraplane w sposób ciągły i znowu doprowadzane do procesu.

Zamiast chlorobezwodnika kwasu octowego można też stosować ciała, tworzące z kwasem octowym lodowatym chlorobezwodnik kwasu octowego, np. chlorek tionylowy. W tym wypadku do tworzenia bezwodnika należy stosować na dwie cząsteczki kwasu octowego lodowatego jedną cząsteczkę chlorku tionylowego, SOCl_2 . Uwolniony bezwodnik kwasu siarkawego uchodzi razem z chlorowodorem.

Przykład I. Mieszaninę, składającą się z 60 części wagowych kwasu octowego lodowatego i 78,5 części wagowych chlorobezwodnika kwasu octowego, wprowadza się zapomocą zaopatrzonego w dyszę syfonu bezpośrednio lub przez miedzianą rurę, służącą do odparowywania, do dolnej części kolumny, ogrzanej uprzednio zapomocą wrzącego bezwodnika kwasu octowego, w której tworzący się bezwodnik kwasu octowego ścieka ciągle nadół do kociołka destylacyjnego, a stamtąd przez przelew i przez urządzenie chłodzące do odbieralnika, podczas gdy chlorowódor uchodzi ku górze i, przechodząc przez pochylą chłodnicę, przez zbiornik, przez chłodzoną do temperatury niskiej chłodnicę odwietrzającą, a w razie potrzeby przez wieżę zraszającą, w której gaz zostaje przemity cieczą, pochłaniającą

niającą chlorobezwodnik kwasu octowego i nie pochłaniającą wiele chlorowodoru, — wstępuje do urządzenia, pochłaniającego kwas solny. Porwane przez chlorowódor nieznaczne ilości chlorobezwodnika kwasu octowego i kwasu octowego lodowatego, jak również nieznaczne ilości bezwodnika kwasu octowego zostają prawie zupełnie skroplone w obu chłodnicach i znowu doprowadzone zapomocą lewara do kolumny. Powstający prawie ilościowo surowy bezwodnik kwasu octowego jest w przybliżeniu 95%-ym. Oczyszcza się go zapomocą rektyfikacji. Wydajność i czystość produktu surowego można jeszcze nieco podwyższyć, skoro stosować chlorobezwodnik kwasu octowego nie w ściśle obliczonych ilościach stechiometrycznych, lecz w małym nadmiarze, wystarczającym przynajmniej do wyrównania powstających, ewentualnie, strat chlorobezwodnika kwasu octowego.

Przykład II. W przybliżeniu równoważne ilości kwasu octowego lodowatego i chlorobezwodnika kwasu octowego wprowadza się ciągle w ten sposób w przeciuprądzie do kolumny, ogrzanej uprzednio zapomocą wrzącego bezwodnika kwasu octowego, że chlorobezwodnik kwasu octowego wstępuje do dolnej części kolumny w miarę postępowania reakcji. Poza tem urządzenie aparatu i przebieg reakcji są zupełnie podobne do opisanych w przykładzie I.

Przykład III. Mieszaninę 120 części wagowych kwasu octowego lodowatego i 119 części wagowych chlorku tionylowego wpuszcza się w sposób ciągły do dolnej części kolumny, ogrzanej uprzednio zapomocą wprowadzonego wrzącego bezwodnika kwasu octowego, i wprowadza się w reakcję, jak opisano w przykładzie I dla mieszaniny kwasu octowego lodowatego i chlorobezwodnika kwasu octowego. Wytworzony bezwodnik kwasu octowego ścieka ciągle nadół, podczas gdy chlorowódor i dwutlenek siarki uchodzą ku górze i wstępują przez chłodzoną do niskiej temperatury

chłodnicę odwietrzającą do urządzenia, pochłaniającego kwas solny. Uchodzący bezwodnik siarkawy może też być dalej obrabiany.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania bezwodnika kwasu octowego przez ogrzewanie kwasu octowego lodowatego i chlorobezwodnika kwasu octowego lub ciał, tworzących z kwasu octowego lodowatego chlorobezwodnik kwasu octowego, znamienny tem, że składniki

wprowadza się w reakcję w sposób ciągły, w stosunku w przybliżeniu stechiometrycznym, w temperaturach, leżących blisko temperatury wrzenia bezwodnika kwasu octowego, i w obecności wrzącego bezwodnika kwasu octowego, najlepiej w kolumnie z przyłączoną chłodnicą, pracującą w temperaturze niskiej.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.