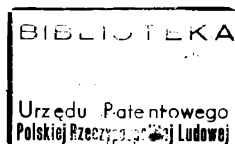


Warszawa, dnia 20 września 1952 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 35072

Les Usines de Melle
(Melle, Deux - Sèvres, Francja)

Kl. 12 o, 10

C07c, 49/08

Sposób wytwarzania acetonu

Udzielono z mocą od dnia 24 sierpnia 1949 r.

Pierwszeństwo: 22 listopada 1948 r. (Francja)

Zwykły sposób wytwarzania acetonu polega na tym, że pary kwasu octowego przepuszcza się w wysokiej temperaturze nad różnymi katalizatorami, jak np. glinem, węglanem wapnia, węglanem baru, dwutlenkiem manganu itd. Ten sposób postępowania posiada jednak różne niedogodności, związane zwłaszcza z kosztownym odzyskiwaniem i stężaniem kwasu nieprzetworzonego, rozcieńczonego wodą wytworzoną podczas reakcji. Proponowano już usunąć tę wadę przez zmniejszenie szybkości przepływu par kwasu nad katalizatorem, co umożliwia praktycznie całkowite przetworzenie kwasu oraz uzyskanie produktów nie zawierających żadnych kwasów. Tym niemniej wynik ten osiąga się kosztem znacznego zwiększenia objętości komór katalitycznych, jak również znacznych strat ketonu, ponieważ część ketonu przetwarza się na produkty ciężkie.

Stwierdzono, że można uzyskać praktycznie zupełne przetworzenie kwasu octowego na ace-

ton z dobrą wydajnością, jeżeli reakcję prowadzi się pod ciśnieniem w obecności tlenku manganu lub soli manganowej, przechodzącej w tlenek w temperaturach, w których odbywa się wytwarzanie katalityczne acetonu. Spostrzeżenie to jest nadspodziewane, jeżeli się zważy, że wskutek tworzenia się dwutlenku węgla, reakcja ketonizacji jest połączona ze zwiększeniem się objętości.

Zastosowanie nadciśnienia posiada następujące zalety w porównaniu z pracą pod zwykłym ciśnieniem: a) unika się kosztów spowodowanych stężaniem kwasu octowego nieprzetworzonego, zwłaszcza, że stopień przetworzenia zbliża się do 100 %, b) można zwiększyć szybkość zasilania, a wskutek tego i wydajność pieca, zachowując stopień przetworzenia około 100 %, c) unika się reakcji wtórnych, które w znanych sposobach postępowania powodują tworzenie się produktów ciężkich, częściowo osiadających na katalizatorze i zanieczyszczających produkt koń-

cowy. Daje to większy współczynnik sprawności, znaczne przedłużenie czasu trwania katalizatorów oraz uzyskanie acetonu czystszej, d) uzyskuje się aceton praktycznie pozbawiony kwasu i zanieczyszczeń, przy czym oddzielanie od wody utworzonej podczas reakcji odbywa się w sposób prosty i ekonomiczny, mianowicie przez destylację, e) ketonizacja przebiega praktycznie całkowicie przy zachowaniu wydajności około 100 %, co byłoby rzeczą niemożliwą, gdyby reakcja odbywała się pod ciśnieniem atmosferycznym.

Jako katalizatory można stosować związki manganu w postaci tlenków (np. dwutlenku manganu), soli mineralnych (np. węglanów, octanów) lub soli organicznych (np. propionianu lub maślanu), przechodzących wskutek rozkładu termicznego w temperaturze $350^{\circ} - 450^{\circ} \text{C}$ w tlenki.

Wspomniane związki manganowe stosuje się w stanie dokładnie rozdrobnionym, osadzone na nośniku porowatym, np. ziemi okrzemkowej, wełnie szklanej, wełnie żużlowej, pumeksie, żelu krzemowym, węgla aktywowanym itd. Ciśnienia stosowane według wynalazku mogą się wahać od 1 do 10 kg/cm^2 , odpowiednio do stężeń kwasu octowego. Jednakowoż najczęściej stosuje się 3 — 5 kg/cm^2 . Temperatura reakcji wynosi najkorzystniej $350^{\circ} - 450^{\circ} \text{C}$.

Przy przetwarzaniu kwasu octowego na aceton nie jest rzeczą konieczną aby kwas octowy doprowadzany do komory katalitycznej był czysty; pary kwasu mogą być rozcieńczone gazami lub parami obojętnymi. Jednakże rozcieńczenie par kwasu octowego powoduje często zmniejszenie szybkości reakcji i konieczność zwiększenia ciśnienia. Praktycznie jednak ma to znaczenie tylko wówczas, gdy substancję rozcieńczającą stanowi para wodna pochodząca z kwasu zawierającego wodę; można ją według wynalazku stosować bez konieczności wstępnego odwadniania. W celu uzyskania natychmiastowego ciśnienia potrzebnego w komorach katalitycznych, można też wtryskiwać początkowo gaz obojętny, np. dwutlenek węgla lub azot.

W celu podtrzymania ciśnienia na poziomie pożądanym — wystarcza regulowanie ilości produktów gazowych w komorze katalitycznej, w zależności od ilości par kwasu octowego doprowadzanych do wspomnianej komory. Urządzenie regulujące wpływ produktów gazowych można umieścić przy wylocie komory katalitycznej lub też dalej, np. przy wylocie skraplacza, lub wręcz przy wylocie urządzenia płuczkowego, o którym będzie poniżej mowa. W ostatnim przypadku skraplanie par i płukanie gazów odbywa się również pod ciśnieniem, czyli w wa-

runkach możliwie najkorzystniejszych. Mieszaninę uchodzącą z komory katalitycznej, zawierającą pary utworzonego ketonu, przepuszcza się najpierw przez chłodnicę, w celu skroplenia znacznej części ketonu, po czym płucze się ją odpowiednim rozpuszczalnikiem np. wodą, w celu odzyskania resztek acetonu. Otrzymane w ten sposób cieczce poddaje się destylacji w celu uzyskania ketonu czystego.

W podanych poniżej przykładach wyrażenie „stopień przetworzenia“ oznacza odsetek kwasu octowego przetworzonego na aceton, a wyrażenie „wydajność“ oznacza ilość wytworzonego acetonu, w stosunku do ilości teoretycznej.

Przykład I. Nad katalizatorem składającym się z 2 kg octanu manganowego osadzonego na pumeksie, o objętości 3,5 litrów, — co odpowiada mniej więcej 50 g octanu na 150 g pumeksu, — przepuszcza się w ciągu godziny 12 kg kwasu octowego o temperaturze 425°C pod ciśnieniem 3 kg/cm^2 . Po skropleniu i oddestylowaniu produktów otrzymuje się 5,7 kg czystego acetonu i 180 g kwasu nieprzetworzonego, z czego wynika, że stopień przetworzenia wynosi mniej więcej 98,5 %, a wydajność równa się 99 — 99,5 %.

Ten sam proces wykonywany pod ciśnieniem atmosferycznym daje stopień przetworzenia tylko 88 %, wskutek wytwarzania się znacznych ilości olejów ketonowych. Ponadto trzeba by zasiląć ilością 5 kg kwasu na godzinę, co odpowiadałoby produkcji 2,4 razy mniejszej.

Przykład II. 14,1 kg kwasu octowego 85 %-go przepuszcza się w temperaturze 450°C , pod ciśnieniem 4,5 kg/cm^2 nad 4 kg octanu manganowego osadzonego na pumeksie. Po skropleniu i oddestylowaniu produktów uzyskanych otrzymuje się 5,74 kg czystego acetonu. Stopień przetworzenia wynosi 99 %, a wydajność również 99 %.

Przy pracy pod ciśnieniem atmosferycznym wszystkie wielkości pozostają takie same, lecz stopień przetworzenia wynosi 80 %.

Przykład III. Przepuszcza się 12 kg kwasu octowego w ciągu 1 godziny w temperaturze 400°C , pod ciśnieniem 3,5 kg/cm^2 , nad katalizatorem utworzonym z 700 g dwutlenku manganu osadzonego na wełnie szklanej. Po skropleniu i oddestylowaniu otrzymanych produktów uzyskuje się 5,65 kg czystego acetonu i 300 g kwasu nieprzetworzonego, z czego wynika, że stopień przetworzenia zbliża się do 97,5 %, a wydajność do 99,5 %. Stopień przetworzenia uzyskany przy

pracy pod ciśnieniem atmosferycznym wynosi tylko około 85 %.

Przykład IV. Nad 1 kg węglanu manganu osadzonego na pumeksie, przepuszcza się w ciągu 1 godziny 12 kg kwasu octowego 50 %-go w temperaturze 430° C pod ciśnieniem 6 kg/cm². Po skropleniu i oddestylowaniu otrzymanych produktów uzyskuje się 2,4 kg czystego acetonu, co odpowiada stopniowi przetworzenia 98 %.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania acetonu z kwasu octowego przez odkarboksylowywanie w fazie gazowej w obecności katalizatora manganowe-

go, znamienny tym, że reakcję przeprowadza się pod ciśnieniem, przy czym katalizator stanowi tlenek manganu lub związek manganowy przechodzący w tlenek wskutek rozkładu termicznego w warunkach przeprowadzania reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że temperatura reakcji wynosi 350 — 450° C.
3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że stosuje się ciśnienia 1 — 10 kg/cm².
4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że przeprowadza się nad katalizatorem pary kwasu octowego rozcieńczone parą wodną.

Les Usines de Melle

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych