



URZĄD
PATENTOWY
PRL

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

77 185

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12o,10

Zgłoszono: 22.12.1971 (P. 152377)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 49/08

Zgłoszenie ogłoszono: 30.09.1973

Opis patentowy opublikowano: 5.09.1975

Twórcy wynalazku: Ryszard Heropolitański, Aleksandra Obarska, Władysław Wawak, Jacek Dąbrowski, Przemysław Turowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej,
Warszawa (Polska)

Sposób oczyszczania acetonu technicznego

1

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania acetonu technicznego zawierającego między innymi fenol, kumen, α -metylostyren i tlenek mezytylu od zanieczyszczeń takich jak kwas mrówkowy i aldehydy.

Istnieje szereg metod przemysłowych otrzymywania acetonu. We wszystkich tych metodach oprócz acetonu powstają produkty uboczne, które należy oddzielić w procesie oczyszczania. Jedną z coraz szerzej stosowanych metod produkcji acetonu jest metoda kumenowa. Polega ona na kwaśnym rozkładzie wodoronadtlenku kumenu, w wyniku czego obok acetonu w ilościach równomolowych powstaje fenol. Jako produkty uboczne powstają głównie: kumen, α -metylostyren oraz nieznaczne ilości nisko-wrzących aldehydów, kwasu mrówkowego i innych zanieczyszczeń. Wydzielanie i oczyszczanie acetonu w obecnie znanych i stosowanych metodach polega przede wszystkim na wielokrotnej destylacji produktów syntezy.

Metoda destylacji w przypadku niektórych syntez acetonu, między innymi w przypadku metody kumenowej, nie prowadzi do uzyskania acetonu o wymaganym standardzie czystości. Aceton ten zawiera nieznaczne ilości aldehydów i kwasu mrówkowego, których nie daje się usunąć wyłącznie na drodze destylacji. Zawartość nieznacznych nawet ilości tych substancji dyskwalifikuje aceton w przeważającej ilości zastosowań.

Znana jest również metoda dodawania do destylacji acetonu nadmanganianu potasu. Dodatek ten

2

pozwala na uzyskanie acetonu wysokiej czystości, podczas redukcji nadmanganianu potasu powstaje jednak nierozpuszczalny osad dwutlenku manganu, który znacznie komplikuje proces destylacji, zwłaszcza przy metodzie destylacji ciągłej. Trudności te usuwa sposób według wynalazku pozwalając na uzyskanie acetonu o najwyższym standardzie przy równoczesnej prostej metodzie destylacji.

10 Sposób według wynalazku polega na tym, że do acetonu poddawanego oczyszczaniu wprowadza się przed destylacją wodny roztwór nadtlenku wodoru i destylację prowadzi w środowisku alkaliczno-utleniającym. W tym celu do surowego
15 acetonu zawierającego kilka do kilkunastu procent wody wprowadza się wodny roztwór nadtlenku wodoru w ilości 0,3—1 kg na tonę surowca, jednocześnie innym doprowadzeniem wprowadza się roztwór związku alkalicznego, najkorzystniej wodorotlenku sodowego w ilości 0,7—3 kg na tonę surowca. Uzyskaną mieszaninę poddaje się następnie destylacji utleniającej w znany sposób. Jednokrotna destylacja w takim środowisku powoduje całkowite usunięcie związków redukujących, przy czym
20 jako produkt rozkładu nadtlenku wodoru powstaje woda nie powodująca powstawania osadów. Uzyskany aceton można przedestylować powtórnie.

Ilość stosowanego nadtlenku wodoru zależy od ilości zawiązków zanieczyszczających zawartych
30 w surowym acetonie. Nadtlenek wodoru można

wprowadzić do acetonu jako roztwór 30 procentowy bądź bardziej rozcieńczony, przy czym związki alkaliczne wprowadza się osobnym doprowadzeniem, ponieważ dodanie związków alkalicznych do wody utlenionej powoduje jej częściowy rozkład z wytworzeniem tlenu cząsteczkowego, co zmniejsza efekt jej działania, bądź nawet całkowicie go eliminuje.

Zaletą wynalazku jest selektywność procesu utleniania, bowiem stwierdzono doświadczalnie, że obecność w surowym acetonie węglowodorów, jak na przykład kumenu, α -metylostyrenu i tym podobnych, nie wpływa na zwiększenie zużycia nadtlenu wodoru, co świadczy o tym, że związki te nie utleniają się w tym środowisku. Stwierdzono również, że aceton nie ulega także zmianom chemicznym w warunkach destylacji utleniającej w ilościach rzutujących na wydajność destylacji. Ilość stosowanego związku chemicznego kształtuje się średnio w stosunku do nadtlenu wodoru jak 3:1 w stosunkach wagowych biorąc pod uwagę nadtlenek wodoru 100%. Zmniejszanie ilości środka alkalicznego zmniejsza w sposób wprost proporcjonalny efektywność usuwania zanieczyszczeń.

Przykład I. Do 150 litrów acetonu surowego uzyskanego metodą kumenową o następującym składzie:

fenol	— 0,4%
woda	— 18,5%
kumen	— 13,0%
α -metylostyren	— 2,1%
tlenek mezytylu	— 0,05%
mezytylen	— 0,14%
gęstość	— 0,825

aldehydy i kwas mrówkowy — około 0,01 (oznaczane jakościowo według liczby nadmanganowej powodowały natychmiastowe odbarwienie roztworu, podczas gdy norma na związki redukujące w acetonie wynosi ponad 2 godziny do zaniku zabarwienia) dodano 600 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 1000 cm³ wody oraz równocześnie 600 cm³

30% roztworu nadtlenu wodoru. Aceton surowy poddano destylacji periodycznej na normalnych urządzeniach destylacyjnych. Oddestylowaną frakcję acetonową poddano powtórnej destylacji bez żadnych dodatków utleniających. Uzyskany aceton odpowiadał całkowicie normie na aceton czysty, przy czym liczba nadmanganowa wynosiła ponad 50 godzin.

Przykład II. Do acetonu jak w przykładzie I dodano 900 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 1200 ml wody oraz 900 cm³ 25% roztworu nadtlenu wodoru; po jednokrotnej destylacji uzyskano aceton o liczbie nadmanganowej ponad 40 godzin.

Przykład III. Do acetonu jak w przykładzie I dodano 800 g wodorotlenku potasu rozpuszczonego w 1000 cm³ wody oraz osobno 2700 cm³ 10% roztworu nadtlenu wodoru. Po destylacji uzyskano aceton zbliżony do acetonu z przykładu II.

Przykład IV. 150 l acetonu jak w przykładzie I poddano destylacji bez dodatków i do uzyskanego acetonu w ilości około 1000 litrów dodano 400 g wodorotlenku sodowego rozpuszczonego w 1000 cm³ wody oraz 400 cm³ 30% roztworu nadtlenu wodoru; po destylacji powtórnej uzyskano aceton o liczbie nadmanganowej ponad 12 godzin.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania acetonu technicznego uzyskiwanego metodą kumenową przez utlenianie zanieczyszczeń i destylację acetonu, **znamienny tym**, że do acetonu surowego wprowadza się wodny roztwór nadtlenu wodoru w ilości 0,3—1 kg na tonę surowca, jednocześnie innym doprowadzeniem wprowadza się wodny roztwór związku alkalicznego, zwłaszcza wodorotlenek sodu w ilości 0,7—3 kg na tonę surowca, po czym mieszaninę poddaje się destylacji utleniającej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wprowadza się roztwór nadtlenu wodoru o stężeniu poniżej 30%.