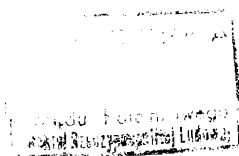


26 listopada 1924 r.

URZĄD PATENTOWY



CO7c 53/16

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

No 438.

Kl. 12o 11.

Cie des Produits Chimiques d'Alais & de la Camargue,
Paryż (Francja).

Sposób ciągły wyrobu kwasu jednochlorooctowego z tróchlorku etylenu.

Zgłoszono: 12 lipca 1920 r.

Udzielono: 13 sierpnia 1924 r.

Pierwszeństwo: 4 maja 1918 r. (Francja).

Jest rzeczą znaną, że po przepuszczeniu strumienia tróchlorku etylenu przez gorący i dostatecznie rozcieńczony kwas siarkowy, wodę, zawartą w tym kwasie, stopniowo unosi para pochodnej chlorowcowej, która nie ulega przez to żadnym zmianom; następuje poprostu stężenie kwasu.

Skonstatowano również, przeprowadzając powyższe doświadczenie, że, poczynając od pewnego stężenia, wahającego się około 90%, woda, zawarta w tymże kwasie, nie jest unoszona, lecz reaguje na tróchllorek etylenu według równania:

$\text{CHCl}_3 + \text{CCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{HCl} + \text{CH}_2\text{Cl} - \text{CO}_2\text{H}$,
co oznacza, że tworzą się dwie cząsteczki kwasu solnego i jedna cząsteczka kwasu jednochlorooctowego.

Jednakże byłoby rzeczą trudną posługiwać się tym sposobem stężania w celu wy-

twarzania w przemyśle większej ilości kwasu jednochlorooctowego, gdyż ilość wody, uzyskana z kwasu siarkowego 90 procentowego, wymagałaby aparatów o bardzo wielkiej pojemności, wówczas gdy charakter stosowanych ciał i produktów, powstających w trakcie reakcji (kwas siarkowy, kwas solny, kwas jednochlorooctowy) wymaga, aby aparaty te zbudowane były z materiałów kwasoodpornych i względnie rzadkich.

Prowadząc dalej badania nad powyższą reakcją, wynalazcy ustalili, że zapomocą pewnej określonej ilości kwasu można zamienić w praktyce nieograniczone ilości tróchlorku etylenu na kwas jednochlorooctowy pod następującymi warunkami:

1) należy zapomocą dodawania wody otrzymywać stężenie kwasu w granicach, w jakich może ono wywołać reakcję,

2) należy usuwać kwas jednochlorooctowy w miarę tworzenia się tegoż. Dokonamy tego przez dodawanie do płynu, w którym zachodzi reakcja, nadmiaru tróchlorku etylenu, nadmiaru tem znaczniejszego, im temperatura reakcji jest niższa.

Biorąc pod uwagę powyższe spostrzeżenie, udało się wynaleźć sposób ciągłego otrzymywania kwasu jednochlorooctowego. Sposób ten można wykonać w każdym stosownym aparacie, jak na przykład, w aparacie opisanym tytułem przykładu i wyobrażonym na rysunku.

Na rysunku litera *A* oznacza kocioł, w którym oddziela się kwas jednochlorooctowy, utworzony w kotle reakcyjnym *D*, i który został porwany prądem tróchlorku etylenu w nadmiarze, jak to będzie wyjaśnione poniżej. Pary tróchloroetyleny, wychodzące z kotła *A*, dostają się przewodem *B*, *C* do kwasu siarkowego w naczyniu *D*, ogrzewanem paleniskiem *E*. Wydzielające się stamtąd pary, złożone z mieszaniny kwasu solnego, tróchlorku etylenu i ewentualnie niewielkiej ilości wody, przechodzą rurą *F* do chłodnicy zwrotnej *G*. Chlorowódor w stanie lotnym, będąc chłodnym, uchodzi przez *H*, pociągając za sobą jeszcze dość znaczne ilości kwasu jednochlorooctowego oraz tróchlorku etylenu. Uwolnić go można zupełnie od kwasu jednochlorooctowego, przepuszczając przez płóczkę *I*, ciągle zasilaną czystym tróchlorkiem etylenu.

Chlorowódor gazowy suchy, nasycony tróchlorkiem etylenu, z pierwszej płóczki przechodzi do drugiej płóczki *K*, napełnionej wodą zimną. Kwas solny rozpuszcza się w niej, zaś tróchloroetylen kondensuje się tam. Przyrząd dekantacyjny *L* oddziela całkowicie odzyskany tróchloroetylen do roztworu kwasu solnego, otrzymanego w płóczce.

Ciecz, skroplona w chłodnicy zwrotnej *G*, zmieszana z cieczą z płóczki *I*, składa się z mieszaniny kwasu jednochloroocto-

wego, tróchlorku etylenu i z niewielkiej ilości wody. Kieruje się je do dekantatora *M*, gdzie woda się oddziela i spływa automatycznie przez rurkę *N*. Woda ta, która zawiera oczywiście większe ilości kwasu jednochlorooctowego, łączy się w zbiorniku *O* z wodą, wprowadzaną w sposób ciągły do aparatu przez rurę *P* celem utrzymania stale jednakowego stężenia kwasu siarkowego.

Oddzielona od wody ciecz, składająca się wyłącznie z roztworu kwasu jednochlorooctowego w tróchlorku etylenu, powraca do kotła *A* rurą *Q*. Tróchloroek etylenu przetwarza się tamże na parę i wchodzi do obwodu ogólnego przez przewód *BC*, podczas gdy kwas jednochlorooctowy, oddzielony zapomocą oddzielacza *S*, spływa w sposób ciągły rurą *T* do kolektora *U*, w którym się gromadzi.

Separatory *A* i *S* są urządzone jednakowo w sposób powszechnie znany; posiadają one przegrody *W* i *W*¹ i są ogrzewane zapomocą wanien olejnych *A*¹ i *S*¹ do odpowiednich temperatur, zapewniających należyte oddzielenie kwasu jednochlorooctowego od tróchlorku etylenu.

Odgąłęzienie *V*, nmieszczone na przewodzie *B*, *C*, służy do zasilania kolumny zraszającej tróchlorkiem etylenu za pośrednictwem chłodnicy *X*.

Zasilanie dodatkowe tróchlorkiem etylenu ma miejsce w *Y*, przez co otrzymuje się masę tróchlorku etylenu, krążącego w aparacie na poziomie stałym.

Przekonano się, że temperatura, w jakiej należy pracować aby wywołać omówioną reakcję, może się zmieniać w rozległych granicach.

Tworzenie się kwasu jednochlorooctowego stwierdzić można już w temperaturze niższej niż 160°, odbywa się ono zaś jeszcze powyżej temperatury 190°, bez wywoływania wyraźnych reakcyj wtórnych. Co się tyczy stężenia kwasu, należy je u-

trzymywać zapomocą dodawania wody powyżej 90°. Zbyteczne dodanie wody wstrzymuje reakcję, bieg której wznawia się automatycznie z chwilą, gdy prąd pary tróchlorku etylenu sprowadza kwas do stosownego stężenia.

Ażeby móc eliminować kwas jednochlorooctowy w miarę jego powstawania, można zastąpić tróchllorek etylenu inną parą lub gazem, któreby nie wywierały wpływu na kwas jednochlorooctowy, naprzykład chlorowodorem. Ten ostatni, który powstaje podczas reakcji, przyczynia się zresztą w pewnej mierze do usunięcia kwasu jednochlorooctowego.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób ciągłego wytwarzania kwasu jednochlorooctowego działaniem tróchlorku etylenu na kwas siarkowy o stosownem stężeniu i stosownej temperaturze, tem znamieny, że stężenie kwasu utrzymuje się zapomocą dodawania wody, w takich granicach, w jakich może ono wywołać reakcję, oraz że kwas jednochlorooctowy usuwa się w miarę swego powstawania ze środowiska w którym się tworzy, prądem pary tróchlorku etylenu lub jakimkolwiek gazem lub parą, nie wywierającą wpływu na kwas jednochlorooctowy.

**C^{ie} des Produits Chimiques d'Alais &
de la Camargue.**

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

