

15 października 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



COŹC 51/46

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 8759.

Kl. 12 o 12.

Société Anonyme Progil
(Lyon, Francja).

Sposób przemysłowy stężenia kwasu octowego.

Zgłoszono 26 listopada 1926 r.

Udzielono 24 kwietnia 1928 r.

Pierwszeństwo: 6 lutego 1926 r. (Francja).

Stężanie rozcieńczonych roztworów kwasu octowego w celu otrzymania stężonego kwasu octowego o mocy 80% lub więcej niemożliwe jest do przeprowadzenia w praktyce zapomocą destylacji cząstkowej bez użycia dodatkowego czynnika reakcyjnego.

Produktem wyjściowym jest zwykle octan metalu, który rozkłada się kwasem, a następnie wyciąga się kwas z roztworów zapomocą czynników, rozpuszczających kwas octowy w mniejszym lub większym stopniu w porównaniu z roztworem wodnym.

Rozpuszczalnik, posiadający punkt wrzenia różny od kwasu octowego, zostaje oddzielony od tego ostatniego zapomocą

destylacji cząstkowej. Stosowano do tego celu eter etylowy, chloroform, octan etylowy, krezole, lecz straty na rozpuszczalniku powodują, że sposoby te są mało stosowane w przemyśle.

Wiadomo, że dodatek mało rozpuszczalnego w wodzie rozpuszczalnika kwasu octowego do roztworu tego kwasu zmniejsza prężność par kwasu octowego; wiadomo również, że woda, dodana do ciał mało rozpuszczalnych i posiadających niewysoki punkt wrzenia, powoduje przy ogrzewaniu powstanie mieszaniny dwóch produktów, posiadającej stały skład i stały punkt wrzenia. Poza tem stosowanie ciał takich, jak benzen, toluen, ksylen, etylobenzen, chlorek butylowy, eter naftowy i t. d. pomimo,

że wytwarzają z wodą mieszaninę typu, jak wyżej wspomniano, nie wpływa z punktu widzenia technicznego na rozwiązanie zagadnienia stężenia kwasu octowego z jego roztworów rozcieńczonych.

Niniejszy wynalazek dotyczy sposobu, zapomocą którego można stężyć kwas octowy (np. ocet drzewny) w celu otrzymania produktu tego o żądanej mocy.

Sposób ten polega głównie na dodaniu w odpowiednich warunkach do rozcieńzonego kwasu octowego w postaci pary lub płynu ciała lub mieszaniny ciał o określonych własnościach, dzięki którym część produktów dodanych w celu rozpuszczenia kwasu octowego, zawartego w parze i w płynie, przechodzi do aparatu, gdzie pary uwalniają się od wspomnianego ciała lub ciał wskutek uchodzenia wraz z parą wodną, wytwarzając mieszaninę o stałym składzie i stałym punkcie wrzenia. Ciała lub mieszaniny ciał, umożliwiające wykonanie w praktyce niniejszego sposobu, mogą być użyte we wszelkich możliwych stosunkach; powinny, w każdym razie, odpowiadać następującym warunkom fizycznym i chemicznym:

1) Powinny zawierać w cząsteczce jeden lub kilka atomów tlenu, 2) mieć punkt wrzenia poniżej 150° (przy ciśnieniu normalnym), 3) rozpuszczać się w wodzie w ilości poniżej 10% w temperaturze 20° , 4) rozcieńczać tylko kwas octowy w przeciwieństwie do roztworu, wytwarzanego z wody i kwasu. Współczynnik rozpuszczalności przy wytwarzaniu mieszaniny, składającej się z objętości ciała lub mieszaniny ciał i objętości kwasu octowego 15% w temperaturze 20°C , powinien co najmniej wynosić 0,1 (woda=1). 5) Ciała powyższe powinny wytwarzać z wodą mieszaninę o punkcie wrzenia poniżej 95° i zawierać mniej, niż 50% wody. 6) Czynniki chemiczne takie, jak alkoholowe, aldehyd, aceton, kwas, eter zwykły, nie wpływają na przebieg procesu i mogą być zawarte w cza-

steczce ciała lub ciał wytwarzanych. 7) Cząsteczka może być nasycona lub nienasycona.

Dla przykładu można przytoczyć ciała lub mieszaniny ciał o odpowiednich dla wykonania sposobu niniejszego własnościach, jak alkohol butylowy, alkohol amylov, tlenek mezytylu, metyloizobutyloaceton, propionian metylowy, frakcje wrzące do 150° olejów acetonowych, olejów celulozy, olejów metylenowych.

Do urzeczywistnienia niniejszego sposobu, stanowiącego przedmiot wynalazku, służy kolumna, w której rozcieńczony kwas octowy, poddany destylacji, znajduje się w postaci dwóch faz, gazowej i płynnej. Rozczynnik wprowadza się do kolumny. Przy destylacji rozczynnika w warunkach, powyżej wyszczególnionych, kwas octowy pozostaje w kolumnie i tworzy z parą wodną mieszaninę o stałym punkcie wrzenia, która skrapla się przy wyjściu z kolumny.

Stosownie do wysokości kolumny i jej sprawności rektyfikacyjnej można regulować prąd pary w ten sposób, że u szczytu kolumny znajduje się para wodna i rozczynnik, a następnie kwas octowy, którego ilość zmienia się z biegiem procesu i który można otrzymać w ilości, mniejszej od 0,1%. Po skropleniu rozcieńczacz oddziela się od wody przez dekantację i kieruje się zpowrotem do kolumny w obiegu kołowym. Wodę uwalnia się od niezwiązanego z nią rozcieńczacza przez zwykłe ogrzewanie. Sposób niniejszy może być wykonany w procesie ciągłym i przerywanym.

Na załączonym rysunku fig. 1 przedstawia schematycznie przykład wykonania wynalazku w przypadku procesu przerywanego. Fig. 2 przedstawia wykonanie sposobu w procesie ciągłym.

W przypadku, przedstawionym na fig. 1, kwas octowy rozcieńczony (np. 10%) przechodzi przez rurę 14 do kadzi 13. Rozpuszczalnik doprowadza się bądź do kolumny 2, bądź do kadzi w ilości, wystar-

czającej do wytworzenia mieszaniny u szczytu kolumny. Pary uchodzą z kadzi przez otwór 1 i wchodzi do kolumny 2; pary, tworzące mieszaninę, wchodzi do deflegmatora 3. Część skroplona powraca do kolumny przez otwór 4, pary zaś skraplają się w chłodnicy 5. Rozpuszczalnik, zdekantowany w oddzielniku 6, powraca do kolumny przez rurę 7. Wodę w celu uwolnienia od zawartego rozpuszczalnika wprowadza się do małej ogrzanej kolumny 9. Rozpuszczalnik i woda odparowane skraplają się zapomocą chłodnicy 10, przyczem produkt kondensacji doprowadza się do oddzielnika 6 przez rurę 6'. Oddzielona woda spływa z kolumny 9 przez rurę 11; płyn powracający do kolumny, wchodzi do kadzi 13 przez rurę 12. Gdy stężenie kwasu jest dostateczne, przerywa się dopływ rozcieńczacza do kolumny i z par, skroplonych w chłodnicy 5, powstaje płyn, który spływa do zbiornika 15 i służy do następnej operacji.

W celu odpędzenia rozcieńczacza, zawartego w kwasie octowym, podgrzewa się nieco kadź, poczem stężony kwas octowy odprowadza się przez wylot 16.

W przypadku wykonania sposobu, przedstawionego na fig. 2, kwas octowy w postaci pary i płynu wprowadza się do kolumny przez otwór 1 wraz z pewną ilością rozpuszczalnika. Kolumnę podgrzewa się do pewnej wysokości dla umożliwienia odparowania mieszaniny. Wytwarzające mieszaninę pary skraplają się, przechodząc przez deflegmator 3, poczem skroplina powraca do kolumny przez rurę 4, podczas gdy pary skraplają się w chłodnicy 5. Rozpuszczalnik, oddzielony w oddzielniku 6, powraca do kolumny przez rurę 7. W celu uwolnienia od rozpuszczalnika doprowadza się wodę, zawierającą ten ostatni, do małej kolumny 9, w której utrzymuje się odpowiednią temperaturę i pary, powstałe z odparowania wody i rozpuszczalnika, skraplają się w chłodnicy 10, poczem produkt

skroplony powraca do aparatu oddzielającego 6 przez rurę 6'. Woda wydzielona spływa bez przerwy na spód kolumny przez rurę 11. Kwas octowy, powracający do dużej kolumny, zostaje wydzielony przez otwór 16. Kolumnę ogrzewa się najkorzystniej na różnej wysokości, a to w celu uzyskania żadanego stężenia kwasu już na spodzie kolumny. Dla wyrównania strat cieplnych można ogrzewać zimne płyny, przeprowadzając je przez różne części urządzenia. Można proces prowadzić pod ciśnieniem bez szkodliwego wpływu na przebieg procesu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób stężenia kwasu octowego o mocy około 80%, znamieny tem, że do rozcieńczonych roztworów kwasu octowego w postaci pary i płynu dodaje się do przyrządu, w którym odbywa się proces, ciała lub mieszaniny ciał, rozcieńczających kwas octowy w stanie pary lub płynu, przyczem wspomniane ciała w postaci pary tworzą z parą wodną mieszaninę o stałym punkcie wrzenia; ciała te lub mieszanina tych ciał mogą być użyte we wszelkich możliwych stosunkach, przyczem sposób niniejszy może być wykonany pod zmniejszonym ciśnieniem lub wyższem od atmosferycznego.

2. Wykonanie sposobu według zastrz. 1, znamienne tem, że stosuje się ciała lub mieszaninę ciał, rozcieńczające kwas octowy w wodnych roztworach na zimno lub na gorąco oraz przy ogrzewaniu dające z wodą mieszaninę o stałym składzie i o stałym punkcie wrzenia, przyczem cząsteczka rozcieńczacza zawiera jeden lub kilka atomów tlenu i składa się ze związków nasyconych lub nienasyconych, a ciała te posiadają punkt wrzenia poniżej 150° (pod ciśnieniem 760 mm), rozpuszczają się w wodzie poniżej 10% (w 20°C), rozcieńczają kwas octowy, w przeciwieństwie do wy-

tworzenia się roztworu kwasu w wodzie, wytwarzają z wodą mieszaninę o punkcie wrzenia poniżej 95° i zawierają mniej, niż 50% wody i współistnieją z czynnikami chemicznymi takimi, jak alkohol, aldehyd, aceton, kwas, eter, bez wpływu na przebieg procesu.

3. Wykonanie sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienne tem, że stosuje się oddzielnie albo w zmieszaniu: alkohol butylowy,

alkohol amylowy, tlenek mezytylu, metyloizobutyloaceton, propionian metylowy, frakcje do 150° olejów acetonowych, olejów metylenowych (pozostałości destylacji alkoholu z melasy).

Société Anonyme Progil.

Zastępca: M. Brokman,
rzecznik patentowy.

