



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

- 1
- (21) 4355505/23-04
(22) 07.04.88
(31) 1489/87
(32) 16.04.87
(33) CH
(46) 15.07.90. Бюл. № 26
(71) Лонца АГ (CH)
(72) Ренцо Бергамин (CH) и Уйльхельм Квиттманн (DE)
(53) 547.445.07(088.8)
(56) Патент Швейцарии № 46489, кл. C 07 C 49/22, опублик. 1968.

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ СЫРОГО ДИКЕТЕНА ОТ ТРИМЕРА КЕТЕНА

(57) Изобретение касается кетенов, в частности способа очистки сырого дикетена, используемого для производства уксусной кислоты. Цель - уда-

Изобретение относится к способам очистки сырого дикетена, который используется для производства уксусной кислоты.

Известно, что в процессе димеризации кетена наряду с дикетеном образуются полимерные смолы и тример кетена - 3-ацетоксициклобут-2-ен-1-он в количестве ~ 5%, который при нагревании до температуры выше 50°C вступает в неконтролируемые экзотермические реакции, что создает опасность при получении и перегонки дикетена.

Цель изобретения - удаление тримера кетена из сырого дикетена или уменьшение его содержания за счет добавления к сырому дикетену воды

2

ление тримера кетена из сырого дикетена или уменьшение его содержания. Процесс ведут добавлением к сырому дикетену воды и органического соединения формулы $R_1(XH)_n$, где R_1 -H, C_1 - C_{18} -алкил или фенил; X-O или S; XH-группа - C(=O)OH; n=1 или 2, в количестве, соответствующем молярному содержанию тримера кетена в кетене. В качестве соединения лучше использовать или C_1 - C_{18} -алифатический спирт, или фенол, или двухатомный фенол, или моно- или дикарбоновую кислоту. Полученную смесь нагревают до 50-130°C с последующей отгонкой дикетена. Способ позволяет снизить содержание тримера кетена в реакционной смеси до 0-3,3% и тем самым обезопасить процесс перегонки дикетена. 3 з.п. ф-лы, 1 табл.

или органического соединения формулы $R_1(XH)_n$ в количестве, соответствующем молярному содержанию тримера кетена в дикетене, и нагревания полученной смеси до 50-130°C с последующей отгонкой дикетена.

Способ осуществляют периодически или непрерывным образом в котле с мешалкой.

Пример 1. К 1 кг сырого дикетена, содержащего 4,2% тримера кетена, в термостатируемом котле с мешалкой добавляют эквивалентное количество метанола, после чего полученную смесь нагревают в течение 65 мин при 60-63°C. В результате этой обработки доля тримера кетена понижается ниже

предела обнаружения. Благодаря тому, что тример кетена практически отсутствует в сыром дикетене, безопасность перегонки дикетена повышается. Перегонку проводят в вакууме при 69-71°C и 133 Мбар. Т.кип. при атм. давл. 127°C.

Пример 2. К 0,1 кг сырого дикетена, содержащего 4,3% тримера кетена, в термостатируемом сосуде с мешалкой добавляют полумолярное количество (считая на количество тримера кетена) диэтиленгликоля. Смесь нагревают в течение 60 мин до 60-65°C. В результате этой обработки снижается содержание тримера кетена до 3,1%.

Пример 3. 0,1 кг сырого дикетена и 9,22 г октадеканола в течение нескольких минут нагревают до 60-65°C и выдерживают при этой температуре в течение 70 мин. Содержание тримера кетена в охлажденной пробе составляет 1,8%. Это значение соответствует снижению тримера на 2,5%.

Пример 4. В двух других опытах, которые проводятся аналогично примерам 1-3, 0,1 кг сырого дикетена подвергают реакции взаимодействия с 3,21 г фенола или 1,88 г гидрохинона. После охлаждения проб до комнатной температуры содержание тримера кетена понижено на 0,3% при обработке фенолом и 1,8% при обработке гидрохиноном.

Пример 5. Смесь 0,1 кг сырого дикетена и 9,77 г 1-октадекантиола в течение нескольких минут нагревают до 60-65°C и затем выдерживают при этой температуре в течение 0,5 ч. Повышение температуры до 95-100°C приводит к снижению содержания тримера кетена в реакционной смеси с 4,8 до 3,3%.

Пример 6. Смешением при комнатной температуре готовят 5 разных проб, содержащих по 0,1 кг сырого дикетена каждая и соответственно 2,38 г уксусной, 8,74 г пальмитиновой, 1,77 г малоновой, 2,01 г янтарной и 4,16 бензойной кислот. Полученные смеси в течение нескольких минут нагревают до температуры реакции. У всех проб наблюдается снижение содержания тримера кетена.

Данные по примеру 6 приведены в таблице.

Пример 7. При комнатной температуре смешивают 0,1 кг сырого дикетена

с 0,61 г воды. Полученную смесь в течение нескольких минут нагревают до 60-65°C. Реакционную смесь выдерживают при этой температуре в течение 70 мин. После охлаждения реакционной массы до 20°C наблюдается снижение содержания тримера кетена на 3,1%.

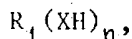
Пример 8. Согласно примеру 1 к дикетену добавляют эквивалентное количество октадеканола и перемешивают в течение 70 мин при 120°C. В результате этой обработки снижается содержание тримера на 2,9%.

Пример 9. Согласно примеру 1 к дикетену добавляют эквивалентное количество n-пропанола и перемешивают в течение 60 мин при 50°C. В результате этой обработки снижается содержание тримера на 3,2%.

Предлагаемый способ позволяет уменьшить содержание тримера кетена в сыром дикетене и таким образом обезопасить процесс перегонки дикетена.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ очистки сырого дикетена от тримера кетена, отличающийся тем, что к сырому дикетену добавляют воду и органическое соединение общей формулы I



где R_1 - водород, C_1-C_8 -алкил или фенил;

X - кислород или сера;

XH - группа COOH;

n - целое число, равное 1 или 2, в количестве, соответствующем молярному содержанию тримера кетена в дикетене, и полученную смесь нагревают до 50-130°C с последующей отгонкой дикетена.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве соединения общей формулы I используют алифатический спирт с числом атомов углерода C_1-C_{18} .

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве соединения общей формулы I используют фенол или двухатомный фенол.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве соединения общей формулы I используют моно- или дикарбоновую кислоту.

Карбоновая кислота	Темпера- тура ре- акции, °C	Время реак- ции, ч	Снижение содержа- ния триме- ра кетена, %
Уксусная	62-63	1,17	2,7
Пальмити- новая	62	1,17	2,8
Малоновая	60-65	1,0	4,4
Янтарная	62-63	1,17	3,5
Бензойная	62	1,17	2,8

Редактор А. Огар Составитель И. Дьяченко
 Техред Л. Олийник Корректор В. Гирняк

Заказ 1925 Тираж 337 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101