

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 6 (5)

Izdan 1 Maja 1932.

PATENTNI SPIS BR. 8861

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M.,
Nemačka.

Postupak za dobijanje anhidrida sirćetne kiseline.

Prijava od 13 januara 1931.

Važi od 1 maja 1931.

Nađeno je da se dobijanje anhidrida sirćetne kiseline iz glacialne sirćetne kiseline i acetilhlorida ili materija, koje grade acetil-hlorid u neočekivanoj meri može da ubrza i postupak učini neobično prinosnim i kontinualnim, kada se komponente od početka izlože reakciji na temperaturama, koje su bliske tački ključanja anhidrida sirćetne kiseline i u prisustvu anhidrida sirćetne kiseline, koji ključa. Ovo se najbolje vrši uvođenjem reakcionih komponentata u jednu kolonu sa kontinualnim dejstvom, u kojoj pare anhidrida sirćetne kiseline, koje odlaze na više i kondenzovani anhidrid sirćetne kiseline, dakle krajnji proizvod same reakcije, koji curi na niže, stalno su i od početka u relativnom višku prema ne spojenim komponentama koje se uvode, tako da je temperatura reakcione smeše od početka i trajno iznad tačke ključanja glacialne sirćetne kiseline a tek naročito iznad tačke ključanja acetil hloriga. Glacialna sirćetna kiselina i acetil-hlorid, mogu da se dovode u tečnom ili gasovitom stanju, u istom ili suprotnom pravcu jedno prema drugom. Za uvođenje kontinualnog procesa stavlja se pre dovođenja reakcionih komponentata u kolonu, u kotao, koji je snabdeven napravom za preticanje, toliko anhidrida sirćetne kiseline, da se kolona može da zagreva sa parom anhidrida sirćetne kiseline.

Dalje je pak utvrđeno, da je ovde ne samo moguće, nego šta više i vrlo korisno upotrebljavati komponente u približno stehiometrijskoj količini, pre sa jednim malim

viškom acetil hloriga. Izbegavanje viška sirćetne kiseline kod ovog postupka olakšava i ubrzava kontinualno dobijanje anhidrida, pošto sada nije više potrebno veće količine odvajati frakcionom destilacijom od anhidrida. Male količine polaznih komponentata, koje nisu izreagovale, kontinualno se kondenzuju i vraćaju ponovo sistemu, posle kontinualnog odvajanja anhidrida.

U mesto acetil-hloriga mogu da se upotrebe i takve materije, koje mogu sa glacialnom sirćetnom kiselinom da grade acetil hlorig na pr. tionil hlorig. U ovom je slučaju potrebno na 2 mola glacialne sirćetne kiseline 1 mol tionil hloriga SOCl_2 za građenje anhidrida. Anhidrid sumporaste kiseline, koji se oslobađa odlazi sa hlorovodnikom.

Primeri:

1. Smeše od 60 težinskih delova glacialne sirćetne kiseline i 78.5 težinskih delova acetil hloriga uvodi se ili direktno jednim sifonom, snabdevenim sitnim otvorima (duše) ili kroz jednu bakarnu cev za isparavanje u donji deo jedne kolone, koja je prethodno zagrevana ključalim anhidridom sirćetne kiseline u kojoj može da na niže oliče nagrađeni anhidrid sirćetne kiseline prvo u kotao za destilovanje a zatim preko jedne naprave za oticanje i jedne naprave za hlađenje u sud za hvatanje, dok gore odlazi hlorovodnik i kroz jedan kondenzator sa vodom, koji ide na niže, jedan sud za hvatanje i jedan jako hlađen

kondenzator za ventilaciju u danom slučaju i kroz jedan stub za ispiranje, u koji se od gore uštrcava neka tečnost koja rastvara acetyl hlorid a ne apsorbira mnogo hlorovodonika, ispira i sprovodi u u postrojenje za apsorpciju hlorovodonične kiseline. Mali ostanci acetyl hlorida i glacialne sirćetne kiseline, koje sobom odnosi hlorovodonik, kao i male količine anhidrida sirćetne kiseline, kondenzuju se u oba kondenzatora tako reći bez ostatka i sprovode se ponovo u kolonu pomoću suda za hvatanje i jednog sifona. Skoro u kvantitativnom prinosu dobiveni sirovi anhidrid sirćetne kiseline je 95%₀-ni. Prečišćava se rektificiranjem. Čistoća i prinos sirovog proizvoda mogu se još nešto poboljšati, ako se acetyl hlorid upotrebi umesto u tačno izračunatoj stehiometrijskoj količini u jednom malom višku, koji je najmanje toliki, da izravna eventualne gubitke u acetyl hloridu.

2. Približno ekvivalentne količine glacialne sirćetne kiseline i acetyl-hlorida uvode se u kolonu, koja je prethodno zagrevana ključalim anhidridom sirćetne kiseline u suprotnom pravcu, tako, da acetyl hlorid ulazi u donji deo kolone u takvoj meri u kakvoj nastaje reakcija. U ostalom je aparatura i tok reakcije potpuno sličan kao u primeru 1.

3. Jedna smeša od 120 težinskih delova glacialne sirćetne kiseline i 119 težinskih delova tionil-hlorida, uvode se u donji deo jedne kolone, koja je prethodno zagrevana ključalim anhidridom sirćetne kiseline i dovode se do reakcije, kao što je u primeru 1 za smešu glacialna sirćetna kiselina-acetyl-hlorid, opisano. Nagrađeni anhidrid sirćetne kiseline otiče kontinualno na niže, dok hlorovodonik i sumpor-dioksid odlaze na više i sprovode se u postrojenje za apsorpciju hlorovodonične kiseline, kroz jedan jako hlađeni ventilacioni kondenzator. Može da se prerađuje i sumporna kiselina koja odlazi.

Patentni zahtev:

Postupak za dobijanje anhidrida sirćetne kiseline zagrevanjem glacialne sirćetne kiseline acetyl hloridom ili sa materijama, koje sa glacialnom sirćetnom kiselinom grade acetyl hlorid, naznačen time, što se komponente kontinualno u približno stehiometrijskim odnosima izlože reakciji na temperaturama, bliskim tački ključanja anhidrida sirćetne kiseline i u prisustvu anhidrida sirćetne kiseline, koji ključa, celishodno u jednoj koloni, koja je spojena sa kondenzatorom sa jakim hlađenjem.