

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA
UPRAVA ZA ZAŠTITU INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 25. novembra 1922

PATENTNI SPIS BR. 650.

Société Chimique des Usines du Rhône, Paris.

Način jednovremenog spravljanja sirćetnog anhidrida i aldehida.

Prijava od 29. marta 1921.

Važi od 1. aprila 1922.

Pravo prvenstva od 22. juna 1917. (Francuska)

Diacetat etilidena je telo relativno nepostojno na toploti. Geuther, koji ga je prvi napravio [Liebig's Annalen sv. 106, str. 249] napomenuo je već da se to telo, kad se pristupi njegovoj rektifikaciji više puta ponovljenoj, postupno razlaže postajući kiselo, ali mu nije bila jasna priroda samog fenomena.

Docnije Weigscheider et Spaeth [Centralblatt 1910 [I] P 1422] objavili su da je isto razlaganje olakšano prisustvom kalcijumovog hlorida. Da bi se to razlaganje pojačalo, pa prema tome, da bi se i proizvodjenje produkata, koje isto za sobom povlači, povećalo, sasvim je prirodno što je se došlo na ideju da se diacetat pregrejava ili kuva u prisustvu katalizatora moćnijih od kalcijumovog hlorida.

Takav način postupanja je zaista iznet u engleskom patentu Br. 23190/1914, datiranim 17. januara 1914.

Tu se pregrevanje vrši na temperaturi između 250 i 300 stepeni. Što se tiče katalizatora, njihovo se dejstvo iskorišćava na temperaturi ključanja diacetata. U ostalom podešava se da se i to dejstvo pojača propraćajući ga lakim pregrevanjem koje

proizvodi visoka kolona koja je na aparatu u kome se vrši reakcija.

U svakom slučaju, iz suda u kome se reakcija vrši izdvaja se mešavina sirćetnog aldehida, anhidrida i kiseline, koje zatim treba podvojiti.

Izvodjenje ovog načina nije bez nezgoda. Zbog visoke temperature kojoj je izložen diacetat, nekad u prisustvu moćnih katalizatora, kao sumporne kiseline, proizvode se uvek sporedne reakcije a često i vrlo jako katranisanje.

Osim toga, katalizator je često puta razoren ili njegova koncentracija u odnosu na diacetat postepeno raste sa napredovanjem operacije, što je jedna od vrlo velikih nezgoda u najvećem broju slučajeva.

Pa onda, na kraju operacije dobija se destilat sastavljen iz mešavina aldehida, delom polimerizovanog, sirćetnog anhidrida i kiseline, a kad se tiče većih količina njihovo je odvajanje dosta zametno, imajući u vidu lakoću sa kojom se aldehyd i anhidrid ponova kombinuju kad su praćeni tragovima katalizatora [kiseline] kisele soli, neutralne soli, jakih kiselina i t. d.

Potraživač je našao da je moguće:

Izvesti, s jedne strane, razlaganje diacetata etilidena na sirćetni anhidrid i aldehid, sa davanjem znatne količive produkata a s druge strane da ostvari u samo jednoj operaciji razlaganje diacetata i odvajanje produkata koji se tim razlaganjem dobiju.

Da bi se došlo do prvog od ova dva rezultata, dovoljno je zagrevati diacetat etilidena u prisustvu podesnih katalizatora mnogo ispod njegove tačke ključanja. Pod takvim uslovima pretvaranje diacetata u sirćetni aldehid i anhidrid vrši se normalno ne proizvodeći ni katranisanje niti stvaranje sporednih produkata. Da bi se osim toga postigao i drugi rezultat potrebno je da se temperatura održava čak i ispod tačke ključanja sirćetnog anhidrida i tada se sirćetni anhidrid izdvaja sam iz suda u kome se reakcija vrši i u kome se nagomilava anhidrid.

Olakšavanje izdvajanja sirćetnog aldehyda može se još postići i strujom suvog vazduha koji ga sobom povlači.

Razumljivo je da se može po volji ostvariti celokupno razlaganje diacetata ili se može obustaviti akcija dokle ga još ima jedan deo nenačetog. U ovom poslednjem slučaju ima se izdvojiti obrazovani anhidrid od ostatka diacetata, kakvom podesnom rektifikacijom.

Relativno niske temperature pod kojima se reakcija izvodi dopuštaju da se može ublažiti akcija, kad se upotrebljava kakav moćan katalizator, što se postiže razblaživanjem diacetata u kakvom zgodnom rastvornom sredstvu a naročito u sirćetnoj kiselini i anhidridu.

Potraživač je takodje primetio da kad se upotrebi kakav katalizator koji nije rastvorljiv ni u diacetatu ni u anhidridu niti u njihovoj mešavini, vrlo je korisno rastvoriti ga u neko od neutralnih rastvornih sredstava koje neće destilisati na temperaturi na kojoj se radi.

Primer I

U jedan aparat za destilovanje mete se: diacetat etilidena 500 delova, piro-sulfata natrijuma 15 delova, zagreva se na 120 — 140 step. C i prikupi se: sirćetnog aldehyda 120 — 150 delova.

U aparatu ostaje anhidrid koji se prečisti rektifikacijom.

Proizvodnja je približna teorijski predviđenoj.

Primer II

Radi se kao što je rečeno u primeru I sa mešom od 500 delova diacetata etilidena i 30 delova ortofosfata monosodičnog.

Reakcija ide vrlo brzo oko 130 step. C

Primer III

U 500 delova diacetata etilidena sipa se 35 delova metaborne kiseline u finom prahu Mešajući snažno zagreva se na 110 — 130 step. C i u mešavinu se sprovede laka struja suvog vazduha. Kad se ovaj podesno rashladi i ispere on ostavi: 100 delova sirćetnog aldehyda.

U aparatu ostane: sirćetnog anhidrida 230 delova; diacetata nenačetog 170 delova.

Primer IV

U jedan destilacioni aparat u kome se nalazi: diacetata etilidena 250 delova, sirćetnog anhidrida 100 delova doda se sulfatične kiseline 5 delova.

Zagrevanjem na 125 — 135 step. C destiliše se: 70 delova aldehyda.

Anhidrid koji u aparatu ostaje nije katranisan.

Patentni zahtevi:

1. Način spravljanja sirćetnog anhidrida i aldehyda, zagrevanjem diacetata etilidena, u prisustvu zgodnih katalizatora, naznačen time što se temperatura reakcije održava ispod tačke ključanja diacetata etilidena.

2. jedan postupak u radu po zahtevu br. 1. u kome se razlaganje diacetata i odvajanje aldehyda od anhidrida vrši jednovremeno, naznačen time, što se temperatura reakcije održava čak i ispod tačke ključanja sirćetnog anhidrida.

3. Postupak rada pod br. 2 naznačen u potrebnom struje suvog vazduha u cilju olakšavanja izdvajanja sirćetnog aldehyda.

4. Postupci 1 i 2, naznačeni time, što se a) dodaje jedan razblaživač diacetatu u cilju moderiranja dejstva katalizatorovog.

b) rastvaranje katalizatora u neko od tela, koje ne može učestvovati u reakciji.