

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 septembra 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11820

Consortium für elektrochemische Industrie G. m. b. H., München,
Nemačka.

Postupak za spravljanje ketena.

I. Dopunski patent uz osnovni patent broj 11687.

Prijava od 3 jula 1934.

Važi od 1 januara 1935.

Traženo pravo prvenstva od 12 februara 1934 (Nemačka)

Najduže vreme trajanja do 30 novembra 1949.

U osnovnom patentu br. 11687 opisan je jedan postupak za spravljanje ketena, pri kome se pare sirćetne kiseline jako zagrevaju na kontaktima koji grade anhidrid pod smanjenim pritiskom, izdvojena voda, sirćetna kiselina i anhidrid odvajaju se iz razblaženog ketena kontenzacijom ili na neki drugi način.

Nadjeno je, da pri izvodjenju ovog postupka pruža prednosti upotreba gasnih katalizatora. Kao naročito podesne pokazale su se isparljive kisele materije odnosno materije, koje pri temperaturi izdvajanja sirćetne kiseline, koja leži iznad 400°, obrazuju kiselu, pre svega fosfor i njegova isparljiva jedinjenja, kao fosforna kiselina, ester fosforne kiseline i druge. Time se izbegavaju smetnje i gubitci pritiska usled rasprskavanja ili prskanja, koji mogu da se pojave kod velikih brzina gasa pri upotrebi čvrstih ili tečnih katalizatora i olakšava se čišćenje unutarnjih delova aparata. Najzad, pri tome ne dolazi u pitanje istrajnost katalizatora.

Primer 1

Za reakcioni sud upotrebljena je jedna vertikalna cev od uglja, čija je dužina bila 500 mm a širina 50 mm koja se električno zagreva, kroz koju se provodilo na unutar-

njoj temperaturi od 700—740° 400 g. pare sirćetne kiseline za jedan sat odozdo na više. Pari sirćetne kiseline dodato je 4 promila trietilestra fosforne kiseline kao katalizator. Na kraju aparature održavan je apsolutni pritisak od 35 mm živinog stuba. Pare, koje su odlazile iz ugljene cevi, provodjene su prvo kroz 2 jedno iza drugog vezana kondenzatora sa vodom iz ovih je priključen bio jedan na 20° rashladjeni kondenzator, čime je izvodjena nepromenjena sirćetna kiselina, izdvojena voda i nešto anhidrida. Naprave za kondenzovanje bile su tako udešene, da su kondenzati brzo oticali u balone, kroz koje nije strujio gasovit keten, tako, da je izbegnuto bilo jedno naknadno dejstvo gasovitog ketena na kondenzate. Na kondenzovani gas, koji je u glavnom bio keten, a apsorbovan je u jednom zatvorenom stubu, u kome je rominjala sirćetna kiselina, a koji je bio snabdeven napravom za hladjenje i odredjen kao anhidrid. Od ukupno 200 g. nagrađenog anhidrida nadjeno je 41% u apsorpcionom stubu kao proizvod izmene gasovitog ketena a 59% u kondenzatima kondenzatora.

Pokazalo se je da kod ovog postupka kao kod postupka glavnog patenta povoljno utiče na prinos mali dodatak azotovih baza.

Primer 2.

Radjeno je kao u primeru 1 sa tom razlikom, što je smeši sirćetne kiseline — trietilfosfata dodato 3 promile piridina i što je za jedan sat 300 g uvedeno u peć. Od ukupno 220 g anhidrida dobiveno je 75 % apsorpcijom gasovitog ketena u apsorpcionom stubu samo 25 % kondenzovalo se u kondenzatorima iz para proizvoda razlaganja. Samo 4 % gubitka je bilo od ukupno upotrebljene sirćetne kiseline.

Primer 3.

Radjeno je kao u primeru 1 sa tom razlikom što je pari sirćetne kiseline umesto etilfosfata dodato 0.5 promile pare fosfora. Od ukupno dobivenog anhidrida 27 % je nađeno pri apsorpciji ketena.

Primer 4.

Radjeno je kao u primeru 2 sa tom razlikom, što je pari sirćetne kiseline u me-

sto etilfosfata i piridina dodato 1 promile fosforne kiseline i 1 promile amoniaka. Od ukupno nagrađenog anhidrida 40 od sto je dobiveno apsorpcijom ketena.

Samo se po sebi razume, da se keten može umesto prevodjenja u anhidrid i jakim hladjenjem, celishodno upotrebom nekog rastvarača izolovati kao supstanca.

Patentni zahtev:

Oblik izvodjenja postupka za dobijanje ketena po osnovnom patentu br. 11687 kod kojeg se para sirćetne kiseline jako zagreva pod smanjenim pritiskom na katalizatorima, koji grade anhidrid, naznačen time, što se za katalizatore upotrebljavaju male količine materija, koje pri reakcionoj temperaturi isparavaju, koje su pod tim uslovima gasovite, koje sadrže prvenstveno fosfora sa ili bez dodatka baza, koje sadrže azota.
