

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 septembra 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11821

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

Postupak za spravljanje ketena.

II. 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.

Po postupku za spravljanje ketena opisanim u osnovnom patentu br. 11687 može da se spravlja keten iz sirćetne kiseline tako, što se para sirćetne kiseline upotrebom katalizatora, koji potpomažu postajanje anhidrida, zagreva na 400—800° pod smanjenim pritiskom a izdvojena voda, sirćetna kiselina i anhidrid odvajaju se od pare nagradjenog ketena kondenzacijom ili na neki drugi način.

Dok se kod poznatog postupka za spravljanje anhidrida ne može više doći do tehnički upotrebljivih rezultata ako se pregrevanje pare sirćetne kiseline vrši iznad 800° jer u ovoj zoni temperature razlaganje pare sirćetne kiseline u neželjene proizvode je vrlo veliko, nadjeno je da se pri postupku spravljanja ketena po glavnom patentu može da radi sa dobrim rezultatima i znatno iznad 800°. Ovo je verovatno zbog toga, što je vreme, koje pare provedu u vreloj prostoru, odnosno na vrelin zidovima tako kratko, da izostaju veća raspadanja. Naročito pogodna je upotreba gasovitih katalizatora, u prvom redu fosforovih jedinjenja i fosfora, kao što ih opisuje prvi dopunski patent uz glavni patent i kod povišene temperature.

električnom strujom zagrevana prazna 800 mm visoka, 50 mm široka vertikalna cev od uglja, za koju su priključena dva jedan iza drugog vezana kondenzatora sa vodom i jedan na —20° rashladjeni kondenzator. Naprava za kondenzovanje bila je tako udešena, da su kondenzati brzo oticali u balončiće kroz koje nije prolazio gasoviti keten tako da se izbeglo jedno naknadno dejstvo keten gasa na kondenzate. Nekondenzovani gas, u glavnom keten, vezivala je sirćetna kiselina, koja je rominjala u jednom stubu snabdevenom sa napravom za hladjenje i odredjivan je u obliku anhidrida. Održavajući jednu maksimalnu temperaturu u unutrašnjosti cevi od 830° uvedeno je u donji deo cevi za jedan sat 600 g. pare sirćetne kiseline, koja je sadržavala 3 promil trietilfosfata pri čemu je na kraju aparature održavan apsolutni pritisak od 35 mm žive. Nagradjeno je ukupno 475 g anhidrida. Od toga je 17% u hladjenim kondenzatima 83% u tečnosti, koja je oticala iz stuba za apsorpciju ketena u kome je rominjala sirćetna kiselina. Gubitak usled raspadanja iznosio je oko 3% od uvedene sirćetne kiseline.

Primer 2.

Radjeno je kao u primeru 1 sa tom razlikom, što je pari sirćetne kiseline u mesto

Primer 1.
Za reakcioni sud upotrebljena je jedna

etilfosfata dodato 0.5 promil fosfora. Pri maksimalnoj temperaturi od 870° u unutrašnjosti reakcionog prostora dobiveno je od 800 gr pare sirćetne kiseline, koja je uvedena u toku od 1 sata ukupno 375 g. anhidrida od čega je 74% postalo apsorbacijom ketena a 26% nadjeno u kondenzatima. Razlaganja je bilo malo.

I kod ovog postupka pokazalo se je, da mali dodatak baza, koje sadrže azota povećavaju prinos.

Primer 3.

Radjeno je kao u primeru 1 sa tom razlikom, što je pari sirćetne kiseline sem trietilsfosfata dodato još 3 promil pare piriđina. Pri maksimalnoj temperaturi od 890° u unutrašnjem prostoru cevi i pri prometu od 1160 g. sirćetne kiseline u toku od 1 sata nagrađeno je ukupno 1120 g. anhidrida. Deo anhidrida iz apsorbovanog ketena iznosio je pri tome 89.6% od ukupne količine. Usled raspadanja izgubljeno je samo 5% u odnosu na uvedenu sirćetnu kiselinu.

Primer 4.

Radjeno je kao u primeru 3 sa tom razlikom, što je kao dodatak baze umesto piriđina odabran amonijak. Ukupan prinos na anhidrid iznosio je ovde 88% od težine upotrebljene sirćetne kiseline. Deo anhidrida, dobivenog iz ketena iznosio je 83%. Gubitak zbog raspadanja bio je mali.

Naravno da se nagrađjeni keten može dobiti i kao takav potpuno ili delom jakim hladjenjem korisno u vezi sa jednom tečnošću koja rastvara.

Patentni zahtev:

Oblik izvodjenja postupka za spravljanje ketena, po osnovnom patentu br. 11687 kod kojeg se para sirćetne kiseline zagreva na visoku temperaturu pod smanjenim pritiskom upotrebom katalizatora, koji grade anhidrid, naznačen time što se u prostoru za zagrevanje upotrebljavaju temperature iznad 800°.