

Винахід відноситься до області очищення органічних речовин, зокрема до очищення оцтової кислоти, і може бути використаний для отримання оцтової кислоти хімічно чистої льодової з технічної оцтової кислоти.

Відомий спосіб отримання оцтової кислоти хімічно чистої льодової шляхом кип'ятіння технічної кислоти над перманганатом калію з наступною перегонкою одержаного продукту та висушуванням середньої фракції над P20<sub>o</sub>. Одержану кислоту ще раз переганяють, а потім перекристалізують [1]. Недоліком методу є періодичність і багато-стадійність.

Відомий також спосіб отримання оцтової кислоти хімічно чистої льодової шляхом кип'ятіння технічного продукту зі зворотним холодильником у присутності надлишку оксиду хрому (III) з наступною перегонкою та обробкою подвійним або потрійним надлишком триацетилборату. Після фільтрування одержаного продукту фільтрат дистиллюють [2]. Недолік способу - багатостадійсть, періодичність, використання високотоксичних та дорогих реактивів.

Найближчим за сукупністю ознак до цього винаходу є спосіб отримання оцтової кислоти хімічно чистої льодової (ГОСТ 61-75) шляхом кип'ятіння технічної оцтової кислоти (ГОСТ 19814-74) над хромовим ангідридом з наступною ректифікацією одержаного продукту [3].

Згідно з цим способом технічну оцтову кислоту завантажують у куб ректифікаційної колони й одночасно дозують хромовий ангідрид 1 воду. Підігрівають вміст кубу до 100°C. Кислоту витримують в кубі при вказаній температурі 3 години, після цього температуру в кубі піднімають до 120-130°C і проводять ректифікацію. Спочатку відбирають першу фракцію, яку направляють на переробку для отримання технічної оцтової кислоти. При досягненні характеристик дистилляту, які відповідають вимогам ГОСТ 61-75 для кислоти оцтової хімічно чистої льодової, переходять на відбір дистилляту. Кубові залишки, що містять хромовий ангідрид, ацетат хрому, продукти осмолення і оцтову кислоту, через 4-6 операцій виводять з кубу.

Недоліком способу є його періодичність (в робочому циклі тривалість 50 годин підготовчі операції тривають 30 годин), використання у процесі високотоксичного хромового ангідриду (гранично допустима концентрація у воді 0,1 мг/л 1 в повітрі 0,01 мг/м<sup>3</sup>) та утворення великої кількості високотоксичних відходів (на тонну оцтової кислоти утворюється 50 кг забруднених сполуками хрому продуктів, що містять оцтову кислоту та продукти її осмолення, а також 125 кг води, що містить сполуки хрому 1 оцтову кислоту).

Завданням цього винаходу є отримання оцтової кислоти у безперервному режимі, зменшення кількості відходів та повне усунення високотоксичних відходів. Вирішення цього завдання досягається тим, що оцтову кислоту хімічно чисту льодову отримують шляхом безперервного каталітичного окислення домішок, які знижують якість оцтової кислоти, киснем повітря при температурі 150-250°C у газовій фазі з наступною ректифікацією одержаного продукту. Процес окислення домішок проводять з використанням каталізатора, що містить 0,1% мас. церію, 0,2% мас. кобальту та 0,5% мас. паладію, які нанесені на силікагель. Джерелом кисню може бути повітря, збагачене киснем повітря чи кисень.

Використання запропонованого гетерогенного каталізатора 1 кисню в якості окисника виключає утворення великої кількості відходів, а також можливість утворення високотоксичних відходів. Безперервність способу досягається відсутністю у процесі періодичних стадій.

Можливість здійснення винаходу підтверджується прикладом.

0,049 г ацетату церію (111), 0,169 г ацетату кобальту і 0,213 г ацетату паладію (II) розчиняють у 20 см<sup>3</sup> оцтової кислоти і отриманим розчином просочують 20 г силікагелю. Просочений носій сушать у потоці азоту при 100°C протягом 2 годин і відновлюють воднем при 400°C протягом 4 годин. Отриманий каталізатор містить 0,1 % мас. церію, 0,2% мас. кобальту та 0,5% мас. паладію.

У проточний реактор поміщають 10 см<sup>3</sup> (4,4 г) отриманого каталізатора. Температуру в реакторі піднімають до 200°C і пропускають через шар каталізатора пари технічної оцтової кислоти у кількості 27,3 г/год (6,2 кг кислоти на 1 кг каталізатора у годину) 1 повітря у кількості 0,57 дм<sup>3</sup>/год (0,1 кг/кг/год). Пари після реактора конденсують, відділяють від несконденсованих газів і аналізують згідно ГОСТ 61-75 на вміст домішок, що окислюються.

Отриманий оксидат ректифікують на лабораторній колонці ефективністю 30 теоретичних тарілок. Живлення у кількості 147 г/год подають у середню частину колонки на висоті 6-ї теоретичної тарілки, рахуючи з низу. Флегмове число складає 20-30. Дистиллят відбирають зі швидкістю 7 г/год. Відбір продукту ведуть з 24 теоретичної тарілки. Після ректифікації 458 г оцтової кислоти отримано 22 г дистилляту, 3 г кубового залишку 1435 г оцтової кислоти з показниками, які відповідають вимогам ГОСТ 61-75 (див. табл.).

Приклад показує, що використання винаходу дозволяє отримати оцтову кислоту хімічно чисту льодову у безперервному режимі та при суттєвому зменшенні відходів.

Вирішення завдання цього винаходу досягається поєднанням процесів каталітичного окислення домішок у оцтовій кислоті у присутності каталізатора вказаного складу з наступною безперервною ректифікацією отриманого продукту.

Результати проведення процесу отримання оцтової кислоти хімічно чистої льодової

Показник	Вихідна оцтова кислота	Оксидат після каталітичного очищення	Очищена оцтова кислота	Вимоги ГОСТ 61-75 х.ч.льодова
1. Зовнішній вигляд			прозора безбарвна рідина	прозора безбарвна рідина
2. Масова доля оцтової кислоти	99,55	99,40	99,90	не менше 99,8
3. Температура кристалізації, °C			16,6	16,3-16,7
4. Масова доля нелеткого залишку, %			0,0008	не більше 0,001
5. Масова доля сульфатів, %			0,00001	не більше 0,0001
6. Масова доля хлоридів, %			0,00005	не більше 0,0001
7. Масова доля заліза, %			0,00001	не більше 0,00002
8. Масова доля важких металів, %			0,000005	не більше 0,0003
9. Масова доля миш'яку, %			0,000005	не більше 0,000015
10. Масова доля речовин, що відновлюють $K_2Cr_2O_7$ у перерахунку на (0), %	0,14	0,002	0,002	не більше 0,003
11. Масова доля речовин, що відновлюють $KMnO_4$ у перерахунку на $(HCOOH)$ , %	0,020	0,001	0,001	не більше 0,003
12. Масова доля ацетальдегіду, %	0,002	0,001	0,0009	не більше 0,001
13. Масова доля оцтового ангідриду, %			0,01	не більше 0,03
14. Проба на розбавлення			витримує випробування	