



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1384569** **A1**

(51) 4 C 07 C 51/573, 53/12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4126066/23-04

(22) 14.07.66

(46) 30.03.88. Бюл. № 12

(72) В.Б.Рудак, М.П.Мулява, С.С.Левуш, Г.А.Родзивилов, М.В.Степанов, Ю.К.Баранов, Л.Г.Полудниенко и А.Л.Смирнов

(53) 547.292-31.07(088.8)

(56) Технологический регламент производства уксусного ангидрида пиролизом уксусной кислоты. Энгельское производственное объединение "Химволокно", 1972.

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ УКСУСНОГО АНГИДРИДА ОТ ОКИСЛЯЕМЫХ ПРИМЕСЕЙ

(57) Изобретение относится к производным карбоновых кислот, в частности

ти к очистке уксусного ангидрида от окисляемых примесей. Цель - повышение качества целевого продукта и упрощение процесса. Очистку ведут обработкой раствором KMnO_4 (в уксусном ангидриде) с добавками полиэтиленгликоля-9 и натриевых солей алкилсульфокислот (раствор приготавливают и хранят при (-5) (+15°C предпочтительно) при массовом соотношении компонентов 35-50:3,5-4:1. Реакционную смесь подвергают дистилляции. Способ позволяет уменьшить расход KMnO_4 до 250 г на 1 т очищаемого уксусного ангидрида (повысив его качество до требований ГОСТа 21039-75) и обеспечивает безопасность процесса. 1 з.п. ф-лы.

(19) **SU** (11) **1384569** **A1**

ОПИСАНИЕ

Изобретение относится к производным карбоновых кислот, конкретно к усовершенствованному способу очистки уксусного ангидрида, получаемого в процессе каталитического пиролиза, уксусной кислоты с последующей хемосорбцией кетена от окисляемых примесей.

Уксусный ангидрид применяют в химической промышленности для получения ацетатов целлюлозы, этрола.

Цель изобретения - уменьшение расхода марганцово-кислого калия, повышение качества уксусного ангидрида и упрощение процесса, достигаемая обработкой уксусного ангидрида раствором KMnO_4 в уксусном ангидриде с добавками полиэтиленгликоля-9 и натриевых солей алкилсульфокислот при массовом соотношении компонентов раствора KMnO_4 полиэтиленгликоль-9 Na-соли алкилсульфокислот 35-50:3,5-4:1.

Предпочтительно используют раствор KMnO_4 в уксусном ангидриде с добавками полиэтиленгликоля-9 и Na-солей алкилсульфокислот, приготовленный и хранящийся при (-5) - $(+15)^\circ\text{C}$.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Раствор для очистки готовят растворением марганцово-кислого калия, полиэтиленгликоля-9 и Na-солей алкилсульфокислот в уксусном ангидриде при (-5) - $(+15)^\circ\text{C}$. Для приготовления раствора к 1 т товарного уксусного ангидрида добавляют 24 кг марганцово-кислого калия, 2 кг полиэтиленгликоля-9 и 0,5 кг Na-солей алкилсульфокислот, выпускаемых под названием "Волгонат". Расход раствора 8,4-10,4 л на 1 т обрабатываемого уксусного ангидрида-сырца в зависимости от содержания окисляемых примесей.

В куб дистиляционной лабораторной колонны эффективно 3 теоретические тарелки непрерывно подают 0,5 л/ч уксусного ангидрида с показателем по окисляемым примесям - расход KMnO_4 мг/100 см³ ангидрида 120. Одновременно в куб колонны подают раствор KMnO_4 в уксусном ангидриде с добавками полиэтиленгликоля-9 и Na-солей алкилсульфокислот (при соотношении компонентов раствора KMnO_4 - полиэтиленгликоль-9-Na-соли алкилсульфокислот 48:4:1) со скоростью 5 мл/ч. Дистиляционная колонна рабо-

тует при температуре куба 100°C и верха 90°C и давлении 110 мм рт.ст. Расход раствора KMnO_4 в пересчете на 1 т обрабатываемого уксусного ангидрида составляет 9,26 л/ч.

С верха колонны отбирают 0,46 л/ч уксусного ангидрида с показателем по окисляемым примесям - расход KMnO_4 мг/100 см³ = 49,5.

Пример 2. В куб дистиляционной колонны, работающей в режиме примера 1, непрерывно подают 0,5 л/ч уксусного ангидрида с показателем по окисляемым примесям 120. Одновременно в куб подают раствор KMnO_4 в уксусном ангидриде с соотношением компонентов, как в примере 1, со скоростью 5,6 мл/ч (10,4 л на 1 т уксусного ангидрида). С верха колонны отбирают 0,46 л/ч уксусного ангидрида с показателем по содержанию окисляемых примесей 44,1.

Пример 3. В куб колонны, работающей при температуре куба 110°C и давлении 260 мм рт.ст., подают 0,5 л/ч уксусного ангидрида с показателем по содержанию окисляемых примесей 120. Одновременно в куб колонны подают раствор KMnO_4 в уксусном ангидриде (соотношение KMnO_4 - полиэтиленгликоль-9-Na-соли алкилсульфокислот 48:4:1) со скоростью 4,5 мл/ч (8,4 л/т уксусного ангидрида). С верха колонны отбирают 0,485 л/ч очищенного ангидрида с показателем по содержанию окисляемых примесей 54,6.

Пример 4. Процесс осуществляют аналогично примеру 3. Очищают уксусный ангидрид с показателем по содержанию окисляемых примесей 135. Раствор KMnO_4 подают в верх колонны. В результате получают 0,48 л/ч уксусного ангидрида с показателем по окисляемым примесям 49,2.

Пример 5. Процесс ведут аналогично примеру 3.

Очищают уксусный ангидрид с показателем по содержанию окисляемых примесей 135. В куб колонны подают 6,5 мл/ч раствора KMnO_4 в уксусном ангидриде, аналогичного примеру 3 (12 л/т уксусного ангидрида).

Получают 0,43 л/ч уксусного ангидрида с показателем по окисляемым примесям 35,3.

Пример 6. В куб колонны, работающей в условиях примера 1, подают 0,5 л/ч уксусного ангидрида с пока-

зателем по содержанию окисляемых примесей 80. Одновременно в верхнюю часть колонны водят 4,5 мл раствора KMnO_4 , аналогичного по составу примера 1 (8,4 л/т уксусного ангидрида). С верха колонны отбирают 0,495 л/ч уксусного ангидрида с показателем по содержанию окисляемых примесей 45,2.

Использование раствора KMnO_4 при соотношении компонентов 60:3,5-4:1 приводит к выпадению твердого KMnO_4 из раствора и забивке технологических линий. При соотношении компонентов 40-30:3,5-4:1 увеличивается расход раствора KMnO_4 , подаваемого в очищаемый уксусный ангидрид при этом увеличиваются непродуктивные потери полиэтиленгликоля-9 и "Волгоната".

Пример 7 (сравнительный).

Для приготовления 10 л раствора KMnO_4 берут 0,3 кг KMnO_4 , 0,02 кг полиэтиленгликоля-9, 0,005 кг "Волгоната" (соотношение компонентов 60:4:1).

После смешения компонентов с уксусным ангидридом 0,05 кг KMnO_4 выпадает в осадок. После отделения осадка KMnO_4 раствор подают в куб дистиляционной колонны в условиях примера 2. Полученные результаты идентичны примеру 2.

Пример 8. Для приготовления 10 л раствора KMnO_4 берут 0,175 кг KMnO_4 , 0,02 кг полиэтиленгликоля-9, 0,005 кг "Волгоната" (соотношение компонентов 35:4:1). Приготовленный раствор вводят в куб дистиляционной колонны в условиях примера 2. Показатель - расход марганцево-кислого калия в мг/100 см³ продукта уксусного ангидрида, отбираемого с верха колонны, составляет 60,5. Для получения показателя 44,1 (пример 2) в куб колонны необходимо вводить 7,66 мл/ч раствора KMnO_4 с соотношением компонентов 35:4:1.

Пример 9 (сравнительный). Для приготовления 10 л раствора KMnO_4 берут 0,24 кг KMnO_4 , 0,015 кг полиэтиленгликоля-9, 0,005 кг Волгоната (соотношение компонентов 48:3:1). После смешения компонентов с уксусным ангидридом 0,06 кг KMnO_4 выпадает в осадок. После отделения осадка KMnO_4 раствор подают в куб дистиляционной колонны в условиях примера 2. Чтобы получить показатель - расход марганцево-кислого калия в мг/100 см³ продукта, равный 44,1, в куб колонны

необходимо подавать 7,4 мл/ч раствора KMnO_4 .

Применение растворов KMnO_4 с увеличенным содержанием полиэтиленгликоля-9, например, при соотношении компонентов раствора 50-4,5:6:1 положительного влияния на процесс очистки не оказывает, приводит к непродуктивным затратам полиэтиленгликоля-9.

"Волгонат" вводят в раствор в основном для предотвращения накопления смол на насадке дистиляционной колонны. Уменьшение его количества в растворе KMnO_4 ухудшает работу дистиляционной колонны, увеличение его количества не усиливает положительный эффект.

Температура (в указанном интервале (-5)-(+15)°C приготовления и хранения раствора KMnO_4 не влияет на процесс очистки уксусного ангидрида. Однако применение более высокой температуры (>15°C) для приготовления и хранения раствора KMnO_4 приводит к дезактивации его и резкому уменьшению сроков хранения за счет окисления полиэтиленгликоля-9 перманганатом калия. Уменьшение температуры ухудшает растворимость KMnO_4 полиэтиленгликоля-9 и "Волгоната" в уксусном ангидриде.

Предлагаемый способ в сравнении с известным позволяет уменьшить расход KMnO_4 с 1,2-2,2 кг на 1 т очищаемого уксусного ангидрида до ≈ 250 г, повысить качество уксусного ангидрида, упростить процесс вследствие возможности проведения его в непрерывном режиме за счет использования раствора KMnO_4 , а не порошка позволяет уменьшить безопасность процесса.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ очистки уксусного ангидрида от окисляемых примесей, включающий обработку его марганцево-кислым калием при нагревании и дистиляцию, отличающийся тем, что, с целью уменьшения расхода марганцево-кислого калия, повышения качества целевого продукта и упрощения процесса, обработку ведут раствором марганцево-кислого калия в уксусном ангидриде с добавками полиэтиленгликоля-9 и натриевых солей алкилсульфокислот при массовом соотношении ком-

понентов раствора KMnO_4 -полиэтилен-гликоль-9-Na-соли алкилсульфокислот, равном 35-50:3,5+4:1 соответственно.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют раст-

вор KMnO_4 в уксусном ангидриде с добавками полиэтиленгликоля-9 и Na-солей алкилсульфокислот, приготовленный и хранящийся при температуре (-5) - 15°C.

Составитель Н.Каштанова

Редактор М.Недолуженко Техред М.Дидьк

Корректор М.Максимишинец

Заказ 1379/18

Тираж 370

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4