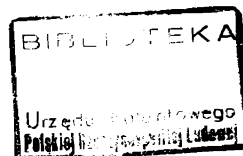


23 października 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY *CO7c 47/04*

Nr 2240.

Holzverkohlungs-Industrie Aktien-Gesellschaft
(Konstancja, Niemcy).

Kl. 12 o 7.

Sposób otrzymywania aldehydu mrówkowego.

Zgłoszono 2 września 1922 r.
Udzielono 15 czerwca 1925 r.
Pierwszeństwo: 17 września 1921 r. (Austria).

Znanem jest, że można otrzymać aldehyd mrówkowy z bromku metylenu, ogrzewając go z wodą pod ciśnieniem.

Naodwrot poprzednie przygotowanie aldehydu mrówkowego z chlorku metylenu nie było korzystne z powodu powolnej reakcji chlorków alkilenowych i z powodu warunków reakcji, przy których tworzący się ewentualnie aldehyd mrówkowy znikał wskutek swej znanej zdolności do łączenia się z różnemi ciałami. Przy znanych pracach Andre'go, który ogrzewał przez dłuższy czas chlorek metylenu z wodą do 180° powstawały produkty reakcji CO , HCl , CH_3Cl .

Wykryto obecnie, że można otrzymać aldehyd mrówkowy z chlorku metylenu prawie w ilościowej wydajności przez o-

grzewanie chlorku metylenu z wodą przez dłuższy czas przy 140° — aż 170°.

Przykład. W autoklawie z materiału, wytrzymałego na kwas, ogrzewa się 10 kg chlorku metylenu ze 100 kg wody przez 10 godzin od 140 do 160°. Powstaje przytem około 1,3%-wy roztwór aldehydu mrówkowego, uwzględniając nie uczestniczący w reakcji chlorek metylenu, który można łatwo zpowrotem otrzymać, wynosi wydajność przytem 92% teoretycznie obliczonej. Poruszając płyn, np. przy pomocy mieszadła można reakcję przyspieszyć.

Dalsze doświadczenia wykazały, że też przy ogrzewaniu chlorku metylenu z wodą do temperatury wyższej niż 170°, tworzy się aldehyd mrówkowy, który jednakże przy dalszem ogrzewaniu znowu się rozkłada. Opierając się na tem, możliwy jest

wyrób aldehydu mrówkowego przy wyższych temperaturach np. między 170—200° tak, że przerywa się proces, zanim nastąpi rozkład aldehydu mrówkowego w znacznym zakresie. Przy ogrzewaniu chlorku metylenu i wody np. do 180° ma się tę korzyść, że proces można przerwać już po 2 godz.

Jedna metoda polega na tem, że pracuje się w obecności ciał wiążących kwas, co ma między innemi tę korzyść, że można otrzymywać więcej stężone roztwory aldehydu mrówkowego.

Ciała wiążące kwasy np. węglan wapnia, wodorotlenek żelaza, wodorotlenek glinu, octan sodu, fosforan sodu, które nie działają na tworzący się aldehyd mrówkowy dodawać można w odpowiedniej ilości albo z początku albo też podczas przebiegu procesu częściowo do naczynia reakcyjnego.

Przy stosowaniu takich ciał, które jak np. ługi alkaliczne, soda, tlenek ołowiu, amonjak i t. p. związki, będąc silnie alkalicznymi, mogą oddziaływać na aldehyd mrówkowy, poleca się dodawać takowe podczas procesu i to w ilościach, które w czasie swego oddziaływania nadają cieczy odczyn słabo kwaśny albo obojętny.

Przy stosowaniu amonjaku, jako ciała wiążącego kwas, tworzy się wprost aldehyd mrówkowy w wypadku stopniowego dodawania amonjaku przy utrzymywaniu ciągłym na jednym poziomie słabego kwaśnego odczynu. Naodwrot przy nadmiarze amonjaku, np. przy dodawaniu całej ilości amonjaku na początku procesu, tworzy się naprzód heksametylenotetramina a następnie dopiero po zużyciu nadmiaru amonjaku — aldehyd mrówkowy.

Aldehyd mrówkowy można wyosobnić z mieszaniny, w warunkach wyżej opisanych można w ten sposób postępować, że albo przedłuża się proces tak długo, aż powstały obok aldehydu mrówkowego kwas solny wodny zamieni znajdującą się sze-

ściometyleno — tetraminę na aldehyd mrówkowy, albo też tak, że w czasie przebiegu procesu, albo po ukończeniu takowego przez dodanie nadmiaru kwasu solnego zamienia się sześciometylenotetraminę na aldehyd mrówkowy.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymania aldehydu mrówkowego znamieny tem, że chlorek metylenu ogrzewa się w obecności wody w zamkniętym naczyniu, mieszając płyn, do temperatury od mniej więcej 140 — do 170°.

2. Sposób według zastrzeżenia 1, znamieny tem, że ogrzewa się do temperatury powyżej 170° tak, że przerywa się proces zanim nastąpi rozkład znacznych ilości utworzonego aldehydu mrówkowego.

3. Sposób według zastrzeżeń 1 i 2, znamieny tem, że proces odbywa się w obecności ciał wiążących kwasy.

4. Sposób według zastrzeżeń 1 — 3, znamieny tem, że dodawanie ciał wiążących kwasy, zwłaszcza silnie alkalicznych, mogących oddziaływać na aldehyd mrówkowy, odbywa się w takich ilościach, że płyn reakcyjny pozostaje słabokwaśny albo obojętny.

5. Sposób według zastrzeżeń 1 — 4, znamieny tem, że jako ciało wiążące kwas, stosuje się amonjak z tym warunkiem, że dodawanie odbywa się stopniowo przy stałym utrzymywaniu reakcji słabokwaśnej albo obojętnej.

6. Sposób według zastrzeżeń 1 — 5, znamieny tem, że jako ciało wiążące kwas używa się amonjaku w nadmiarze, z tem jednak, że tworzącą się sześciometylenotetraminę przeprowadza się w aldehyd mrówkowy całkowicie albo częściowo przy pomocy kwasu solnego, powstającego w czasie przedłużania procesu, albo też przez późniejsze dodanie kwasu.

Holzverkohlungs-Industrie
Aktien - Gesellschaft.

Zastępca: M. Kryzan.
rzecznik patentowy.