

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

108569

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 15.02.78 (P. 204689)

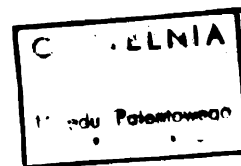
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.01.79

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980

Int. Cl².

CO7H 3/04
// C25B 3/04



Twórcy wynalazku: Adam Korczyński, Józef Świderski, Andrzej Doniec

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,
Gliwice (Polska)

Sposób otrzymywania D-rybozy

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania D-rybozy.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 83890 sposób otrzymywania D-rybozy polega na elektrochemicznej redukcji D-rybono- γ -laktanu w roztworze siarczanu amonowego na katodzie rtęciowej. Elektrolizie poddaje się roztwór zawierający w 1 dm³ 150-250 g D-rybono- γ -laktanu oraz 50 g siarczanu amonowego, stosując gęstość prądu 10-20 A/dm² oraz przepływ roztworu nad powierzchnią katody rtęciowej z prędkością liniową 0,10-0,15 m/s, co zapewnia odpowiednie warunki wymiany masy i ciepła w strefie reakcji elektrodowej. Proces elektroredukcji prowadzi się w ten sposób periodyczny przy zastosowaniu urządzenia według polskiego opisu patentowego nr 96350. Elektrolizę przerywa się po osiągnięciu maksymalnego stężenia D-rybozy w katolicy. Periodyczny sposób wytwarzania D-rybozy jest kłopotliwy ze względu na konieczność opróżniania elektrolizera po każdej szarży i związane z tym przestoje, co obniża zdolność produkcyjną instalacji oraz charakteryzuje się dużą pracochłonnością. Taki sposób prowadzenia elektrolizy jest również niekorzystny ze względu na zanieczyszczanie roztworu D-rybozy rtęcią, która w niewielkich ilościach przedostaje się z półek katodowych podczas opróżniania komór katodowych elektrolizera. W konsekwencji wpływa to na zwiększenie ilości rtęci rozpraszanej do otoczenia, co jest niekorzystne z uwagi na wysoką toksyczność par rtęci.

Otrzymywanie D-rybozy według wynalazku prowadzi się w sposób ciągły w kaskadzie elektrolizerów, w których cyrkuluje elektrolit. Część jego strugi kieruje się do przepływu pomiędzy kolejnymi jednostkami kaskady, przy czym zmniejsza się czas przebywania roztworu w strefie reakcji w miarę wzrostu stężenia D-rybozy w katolicy tak, że czas jego przebywania w pierwszym elektrolizerze wynosi 20-40% czasu przebywania roztworu w całej kaskadzie i 2-5% w ostatnim elektrolizerze kaskady. Zmniejsza się także katodową gęstość prądu w miarę postępu reakcji tak, że wynosi ona od 15-40 A/dm², a korzystnie 20 A/dm² na początku kaskady, a 3-10 A/dm² a korzystnie 5 A/dm² na końcu kaskady. Przepływ roztworu pomiędzy poszczególnymi elektrolizerami jest grawitacyjny lub wymuszony.

Skrócenie czasu przebywania roztworu w strefie reakcji osiąga się przez zmniejszenie objętości cyrkulującego roztworu np. poprzez zmniejszenie ilości komór katodowych w kolejnych elektrolizerach.

Proces według wynalazku ilustruje bliżej rysunek, który przedstawia schemat instalacji do otrzymywania D-rybozy.

Roztwór o $\text{pH} = 3 - 4$ zawierający w 1 dm^3 150 – 250 g D-rybono – γ – laktonu i 50 g siarczanu amonowego podaje się ciągłym strumieniem do zbiornika wyrównawczego 1, skąd podawany jest pompą 2 poprzez chłodnicę 3 do komór katodowych pierwszego w kaskadzie elektrolizera 4, gdzie zachodzi proces elektroredukcji. Następnie roztwór kierowany jest do oddzielnika rtęci 5 i zwracany do zbiornika 1, skąd jego część poprzez króciec przelewowy 6 spływa grawitacyjnie do zbiornika wyrównawczego 7 kolejnego elektrolizera 8 w kaskadzie, gdzie w wyniku elektroredukcji następuje dalszy wzrost stężenia D-rybozy w katolicie. Z ostatniego elektrolizera w kaskadzie wypływa roztwór zawierający D-rybozę 75 – 150 g/dm^3 , D-rybono – γ – laktonu, 35 – 80 g/dm^3 , siarczan amonowy 50 g/dm^3 .

Przykład I. – Do kaskady złożonej z dziesięciu elektrolizerów wyposażonych w komory z półkowymi katodami rtęciowymi, doprowadzono ciągłym strumieniem roztwór o $\text{pH} 3-4$ zawierający w 1 dm^3 250 g D-rybono – γ – laktonu i 50 g siarczanu amonowego. Poszczególne elektrolizery charakteryzowały się następującą ilością komór katodowych, katodową gęstością prądu oraz czasem przebywania roztworu w strefie reakcji elektrodowej.

Numer elektrolizera	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
ilość komór katodowych	12	8	7	7	6	5	4	3	2	1
katodowa gęstość prądu A/dm^2	40	30	25	20	18	16	14	12	10	10
czas przebywania roztworu w strefie reakcji	2,03	1,35	1,18	1,18	1,01	0,85	0,68	0,51	0,34	0,17

Proces prowadzono w temperaturze 283°K, utrzymując kwasowość roztworu w granicach $\text{pH} 3-4$, co osiągnięto przez dozowanie 50– procentowego kwasu siarkowego do zbiorników wyrównawczych. Natężenie przepływu cyrkulującego w obrębie poszczególnych elektrolizerów było takie, aby liniowa prędkość roztworu nad powierzchnią katody rtęciowej wynosiła 0,10 – 0,15 m/s. W wyniku elektrolizy uzyskano roztwór D-rybozy o stężeniu 120 – 130 g/dm^3 z wydajnością prądową 30% i materiałową 55%.

Przykład II. – Postępowano jak w przykładzie 1, z tym, że stężenie roztworu D-rybono- γ -laktonu, kierowanego do kaskady wynosiło 150 g/dm^3 , a ilość komór katodowych, katodowa gęstość prądu i czas przebywania roztworu w strefie reakcji elektrodowej wynosiły jak zestawiono w poniższej tabeli:

Numer elektrolizera	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
ilość komór katodowych	14	8	7	5	5	4	3	2	1	1
katodowa gęstość prądu A/dm^2	20	16	24	14	12	12	10	10	8	5
czas przebywania roztworu w strefie reakcji (h)	2,80	1,60	1,40	1,00	1,00	0,80	0,60	0,40	0,20	0,20

Uzyskano roztwór D-rybozy o stężeniu 80–90 g/dm³ z wydajnością prądową 40% i materiałową 55–60%.

Przykład III. — Postępowano jak w przykładzie I i II, z tym, że stężenie roztworu D-rybono-γ-laktonu, kierowanego do kaskady wynosiło 100 g/dm³, a ilość elektrolizerów, komór katodowych oraz parametry ich pracy wynosiły jak zestawiono w poniższej tabeli

Numer elektrolizera	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
ilość komór katodowych	15	10	8	7	6	5	4	3	2	1
katodowa gęstość prądu A/dm ²	15	14	13	12	11	10	9	7	5	3
czas przebywania roztworu w strefie reakcji (h)	1,66	1,11	0,89	0,78	0,67	0,55	0,44	0,33	0,22	0,11

Uzyskano roztwór D-rybozy o stężeniu 55 – 65 g/dm³, o wydajności prądowej 40% i materiałowej 60–65%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania D-rybozy drogą elektrochemicznej redukcji D-rybono-γ-laktonu w roztworze siarczanu amonowego na katodzie rtęciowej, z n a m i e n n y t y m, że proces prowadzi się metodą ciągłą w kaskadzie elektrolizerów, w których cyrkuluje elektrolit, a część jego strugi kieruje się do przepływu pomiędzy kolejnymi jednostkami kaskady, przy czym zmniejsza się czas przebywania roztworu w strefie reakcji w miarę wzrostu stężenia D-rybozy w katolicy, a także zmniejsza się katodową gęstość prądu w miarę postępu reakcji, natomiast przepływ roztworu pomiędzy poszczególnymi elektrolizerami jest grawitacyjny lub wymuszony.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że czas przebywania roztworu w strefie reakcji wynosi w pierwszym elektrolizerze od 20 – 40% czasu przebywania roztworu w całej kaskadzie do 2 – 5% w ostatnim elektrolizerze kaskady.

3. Sposób według zastrz. 1, albo 2, z n a m i e n n y t y m, że katodowa gęstość prądu wynosi 15–40 A/dm², a korzystnie 20 A/dm² na początku kaskady i 3 – 10 A/dm², a korzystnie 5 A/dm² na końcu kaskady.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że skrócenie czasu przebywania roztworu w strefie reakcji osiąga się przez zmniejszenie ilości komór katodowych w kolejnych elektrolizerach.