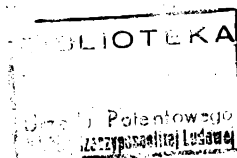


URZĄD PATENTOWY



6070 5/24



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20382.

Kl. 12 o, 25.

Schering-Kahlbaum A. G.
(Berlin, Niemcy).

Sposób wytwarzania katalizatora do przetwarzania terpenów.

Zgłoszono 9 sierpnia 1933 r.

Udzielono 24 lipca 1934 r.

Pierwszeństwo: 12 sierpnia 1932 r. (Niemcy).

Wykryto, że czysty kwas antymonowy, wysuszony do pewnej określonej zawartości w nim wody, stanowi doskonały katalizator do przetwarzania terpenów, zwłaszcza pinenu lub nopinenu na kamfen.

Kwas antymonowy, uzyskiwany w roztworze soli kwaśnej lub w kwasie azotowym metodami znanymi zapomocą kwaśnych środków utleniających w rodzaju chloru, nie nadaje się do tych celów, albowiem usuwanie składników kwaśnych z otrzymywanych w ten sposób produktów reakcji napotyka na znaczne trudności, drobne zaś ilości kwasu mineralnego silnie obniżają działanie katalityczne kwasu antymonowego.

Znaleziono obecnie, że kwas antymono-

wy można uzyskiwać w stanie zupełnie wolnym od kwasu mineralnego w drodze utleniania trójtlenku antymonu (otrzymywanego z łatwością w stanie nader czystym) zapomocą zupełnie wolnego od kwasu dwutlenku wodoru. Uzyskuje się bezpośrednio zupełnie wolny od kwasów kwas antymonowy, który należy jedynie odparować i wysuszyć.

Badanie skuteczności kwasu antymonowego, otrzymanego tą drogą, przy przetwarzaniu terpenów wskazuje, że w stanie świeżym nie wykazuje on zupełnie lub wykazuje tylko bardzo nikłą aktywność. Aktywność rośnie podczas schnięcia aż do pewnej wartości maksymalnej, przy dalszym zaś wysychaniu znowu silnie maleje.

W trakcie suszenia należy przeto aktywność kwasu antymonowego ustawicznie starannie kontrolować, aby można je było przerwać w chwili właściwej.

Aktywność katalityczną suszonego kwasu antymonowego można badać przez mierzenie wzrostu temperatury, obserwowanego przy wprowadzeniu pewnej ilości kwasu antymonowego do terpenu, ogrzanego do określonej temperatury. Ilość kwasu antymonowego wynosi przytem 10÷20% terpenu. Przyrost temperatury, jaki następuje po wprowadzeniu kwasu antymonowego do podgrzanego terpenu, stanowi bezpośrednią miarę aktywności kwasu antymonowego.

Przykład I. 200 g trójtlenku antymonu zarabia się z 400 cm³ wody, miesza ze 160 g wolnego od kwasów dwutlenku wodoru (30%-wego) i zwolna doprowadza do wrzenia. Ciepło reakcji jest bardzo znaczne. Masę miesza się energicznie, rozcieńczając ją, ewentualnie, wodą. Po ukończeniu reakcji ogrzewa się jeszcze około 10 minut i produkt odparowuje do sucha na łaźni parowej. Następnie podsusza się go jeszcze w temperaturze około 120° w ciągu

2 godzin, dokładnie miele i wreszcie suszy ostatecznie w temperaturze 168° — 170°, nieustannie kontrolując aktywność. Największą aktywność otrzymuje się po 40 minutach.

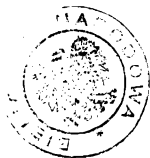
Przykład II. 200 g tlenku antymonu zarabia się z 400 cm³ wody i obrabia 300 g dwutlenku wodoru w sposób opisany powyżej. Po ukończeniu reakcji masę gotuje się jeszcze kilka godzin. Obróbka następna nie różni się od wskazanej w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania katalizatora do przetwarzania terpenów, znamieny tem, że trójtlenek antymonu utlenia się czystym, wolnym od kwasu dwutlenkiem wodoru, a następnie suszy, przyczem stopień wysuszenia reguluje się ustawiczną kontrolą aktywności otrzymanego produktu.

Schering-Kahlbaum A. G.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.



p.21615-