

URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 16984.

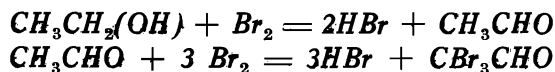
Kl. 12 o 7.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Spółka Akcyjna
(Warszawa, Polska).

Sposób wytwarzania bromalu.

Zgłoszono 3 stycznia 1931 r.
Udzielono 20 września 1932 r.

Znany dotychczas sposób wytwarzania bromalu (aldehydu trójbromooctowego) z alkoholu etylowego i bromu według znanej reakcji



był bardzo nieekonomiczny, gdyż i wydajność w stosunku do teorii była niewielka, i trudności z otrzymaniem czystego aldehydu trójbromooctowego były znaczne.

Według tego sposobu bowiem reakcja faktycznie nie ma przebiegu tak prostego, jak to przedstawiono powyżej, gdyż, jak to wykazały znane w nauce badania, tworzy

się znaczna ilość produktów ubocznych w postaci np. kwasu dwubromooctowego i trójbromooctowego, bromopochodnych etanu i tym podobnych związków, jako bezużytecznych odpadków, nienadających się do przeróbki na bromal, utrudniających natomiast wydzielenie i tak nieznacznej ilości czystego bromalu. Musiano więc np. bromal, uzyskany przez frakcjonowaną destylację, zamieniać na wodzian bromalu w celu otrzymania produktu czystego, względnie poddawać szeregowi destylacji. Wszystkie te niezbędne zabiegi powodowały zmniejszenie wydajności bromalu.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się bromal z wydajnością około 60% rów-

niez przez działanie bromem na alkohol etylowy według podanej reakcji zasadniczej, jednak wskutek bardzo powolnego oddziaływania na alkohol, w temperaturze pokojowej mieszaną gazową, składającą się z powietrza i par bromu, tworzenie się niepożądanych produktów ubocznych jest znacznie mniejsze, a natomiast tworzą się

hemiacetal $\left(\text{CBr}_3\text{CH} \begin{array}{l} \nearrow \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \searrow \text{OH} \end{array} \right)$ i wodzian

bromalu, z których można z łatwością wydzielić czysty bromal. Jakkolwiek więc z punktu widzenia teorii ma się tu do czynienia z reakcją dawno znaną, to przy zastosowaniu odpowiednich warunków reakcji, odmiennych od wskazanych wyżej, otrzymuje się wydajność znacznie większą, przy czem koszty otrzymania mniejsze są od tych, jakie były przy mniejszej wydajności według sposobu znanego.

Przykład. 180 części alkoholu etylowego absolutnego wlewa się do reaktora z chłodnicą zwrotną, zaopatrzonego w lejek wkraplający i w rurę doprowadzającą mieszaną powietrza z parami bromu. Bromu bierze się 600 części i w oddzielnym naczyniu przygotowuje z tej ilości mieszaną gazową z powietrzem przez wtłaczanie powietrza, ogrzanego mniej więcej do 50°C. Wprowadza się tę mieszaną gazową do reaktora z alkoholem stopniowo w temperaturze pokojowej, a po wprowadzeniu całej ilości reaktor podgrzewa się na łaźni wodnej stopniowo aż do temperatury 90°C przy ciągłym wprowadzaniu suchego powietrza w celu wypędzenia tworzącego się bromowodoru. Po kilkunastu godzinach brom całkowicie jest przez płyn reakcyjny pochłonięty, a wychodzące z aparatu przepuszczane przezeń powietrze praktycznie nie zawiera bromowodoru. Płyn reakcyjny stopniowo jaśnieje, mętnieje i wreszcie rozdziela się na dwie warstwy. Reakcja jest skończona.

Należy wtedy zawartość reaktora oziębować wodą i stopniowo do oziębionego płynu

reakcyjnego dodawać przez lejek wkraplający 400 części stężonego kwasu siarkowego w celu wydzielenia wolnego bromalu z powstałych wodzianu i hemiacetalu jego. Powietrze należy i podczas tej czynności przepuszczać przez reaktor w celu wydalania bromowodoru.

Dolną warstwę płynu w reaktorze, stanowiącą surowy bromal, oddziela się od górnej i następnie przedestylowuje pod zmniejszonym ciśnieniem około 30 m/m, zbierając czysty bromal w postaci frakcji wrzącej przy 77° — 79°C.

Usunięty z reaktora wraz z powietrzem bromowodór chwytyany jest dla innego użytku.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania bromalu z alkoholu etylowego i bromu, znamienny tem, że przez alkohol etylowy przepuszcza się w temperaturze pokojowej powoli mieszaną gazową, składającą się z powietrza i par bromu, a przygotowaną uprzednio naskutek przepuszczania ogrzanego do 50°C powietrza przez brom, przy czem po przepuszczeniu całej ilości tej mieszaniki gazowej przepuszcza się w dalszym ciągu suche powietrze w celu wydalania tworzącego się w naczyniu reakcyjnym bromowodoru, ogrzewając jednocześnie na łaźni wodnej płyn reakcyjny, do chwili wydalania bromowodoru z naczynia, poczem po oziębieniu płynu reakcyjnego dodaje się stopniowo stężony kwas siarkowy w celu wydzielenia bromalu z wodzianu i hemiacetalu bromalu, przepuszczając cały czas powietrze dla odpędzania tworzącego się bromowodoru.

P z e m y s ł o w o - H a n d l o w e
Z a k ł a d y C h e m i c z n e
L u d w i k S p i e s s i S y n
S p ó ł k a A k c y j n a.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.