

25 lutego 1932 r.

CO7c 31/34

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15320.

Kl. 12 o 5.

Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
(Warszawa, Polska).

Sposób wytwarzania alkoholu trójbromoetylowego.

Zgłoszono 16 czerwca 1930 r.

Udzielono 28 grudnia 1931 r.

Znany dotychczas sposób otrzymywania alkoholu trójbromoetylowego z bromalu przez działanie na niego stopionym alkoholanem glinu jest skomplikowany, długotrwały i kosztowny (porównaj pat. niemiecki Nr 437160).

Upřednie otrzymywanie stopionego alkoholanu glinu, jak to widać z podanych w literaturze chemicznej danych, — jest operacją kłopotliwą, składającą się z poszczególnych czynności, uciążliwych przy wykonaniu fabrycznym (sączenie wrzącego roztworu alkoholanu glinu w ksyłolu, oddestylowanie ksyłolu pod zmniejszonym ciśnieniem).

Poza tem taki stopiony alkoholan glinu

reaguje z aldehydami bardzo powoli, co wymaga dłuższego ogrzewania, aby reakcja dobiegła do końca.

Przekonano się, że sposób powyższy można znacznie ulepszyć i uprościć pod względem ilości poszczególnych czynności, przyczem wydajność nie jest mniejszą od wydajności według sposobu znanego.

Według wynalazku działa się na bromal alkoholanem glinu, upřednio otrzymanym w tym samym naczyniu reakcyjnym z glinu i alkoholu w obecności, np. soli rtęci lub podobnych metali tej samej grupy. Alkoholan glinu, wydzielający się w postaci lekkiego, puszystego proszku, reaguje z aldehydami bardzo energicznie, niewątpliwie ze względu

na tę swą postać, co daje możność ukończenia reakcji w krótkim czasie ($\frac{1}{2}$ godz. zamiast niezbędnych dotychczas 15 godzin). Bezwątpienia, sole rtęci działają katalitycznie, czem należy tłumaczyć krótki czas trwania reakcji. Stopniowe wprowadzanie aldehydu i uniknięcie długotrwałego ogrzewania daje możność otrzymania tak czystego produktu, że czynności dodatkowe przy wydzielaniu produktu reakcji (eksirahowanie eterem, destylacja próżniowa) — stają się zbyteczne, jak również zbędnem jest przepuszczanie obojętnego gazu. Cały szereg procesów, związanych z otrzymywaniem alkoholu trójbromoetylowego, a więc przygotowywanie amalgamatu glinu, alkoholu, reakcja aldehydu z alkoholem, rozkład produktu i destylacja z parą wodną, — mogą być wykonane w tem samym naczyniu reakcyjnym.

Przykład. 8 części glinu w postaci blachy amalgamuje się roztworem sublimatu i zalewa absolutnym alkoholem w ilości 150 części. Po ogrzaniu aż do chwili ukończenia wydzielania się wodoru, otrzymuje się alkohol glinu w postaci lekkiego proszku, wypełniającego naczynie reakcyjne. Do naczynia wlewa się stopniowo w temperaturze pokojowej 100 części bromalu i ogrzewa do wrzenia krótki czas dla ukończenia reakcji. Alkohol oddestylowuje się i do naczynia reakcyjnego dodaje się rozcieńczonego kwasu siarkowego. Po rozłożeniu masy reakcyjnej

produkt reakcji odpędza się z naczynia reakcyjnego zapomocą pary wodnej. Otrzymuje się odrazu czysty produkt w postaci białych igieł o temperaturze topliwości 80° .

Ponieważ skutkiem krótkiego trwania wymienionych reakcyj zaoszczędza się około 20 godzin na czasie, a więc i na opale, na kosztach pracy i tak dalej, sposób według wynalazku stanowi wielki postęp techniczny i gospodarczy.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania alkoholu trójbromoetylowego, znamieny tem, że w jednym i tem samym naczyniu reakcyjnym wytwarza się najpierw w znany sposób alkohol glinu przez ogrzewanie glinu w obecności rtęci z alkoholem absolutnym, poczem dodaje się bezpośrednio i stopniowo bromal, ogrzewając do chwili zakończenia reakcji, wreszcie w znany sposób oddestylowuje się nadmiar alkoholu, dodaje rozcieńczony kwas siarkowy i oddestylowuje utworzony alkohol trójbromoetylowy zapomocą pary wodnej.

Przemysłowo-Handlowe
Zakłady Chemiczne
Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.