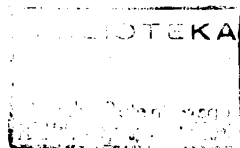


URZĄD PATENTOWY



C07c 45/24



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 27020.

Kl. 12 o, 7/01.

Deutsche Gold- und Silber - Scheideanstalt vormals Roessler
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób stężenia wodnych roztworów aldehydu mrówkowego.

Zgłoszono 12 kwietnia 1937 r.

Udzielono 29 lipca 1938 r.

Pierwszeństwo: 8 maja 1936 r. (Niemcy).

W technice często następuje się konieczność ponownego stężenia rozcieńczonego wodnego roztworu aldehydu mrówkowego, aby w ten sposób uczynić ten roztwór nadającym się do dalszej przeróbki. Tak więc np. podczas wytwarzania paraformaldehydu z wodnego roztworu aldehydu mrówkowego otrzymuje się destylat, zawierający jeszcze około 6—10% lub więcej aldehydu mrówkowego. Dalsza przeróbka takich rozcieńczonych roztworów aldehydu mrówkowego była dotychczas niemożliwa. Poza tym w wielu procesach chemicznych, w których aldehyd mrówkowy stosuje się jako składnik reakcji, pozostaje on w postaci rozcieńczonego

roztworu wodnego, jak również wówczas, gdy aldehyd mrówkowy otrzymuje się przez utlenianie węglowodorów albo w inny sposób syntetyczny. We wszystkich tych przypadkach otrzymuje się roztwory aldehydu mrówkowego zbyt słabo stężone, aby mogły one nadawać się do sprzedaży. Takich roztworów jednak nie można było dotychczas stężyć w sposób ekonomiczny.

Obecnie wykryto niespodziewanie, że stężenie to możliwe jest w sposób prosty i dokładny, jeśli przy użyciu kolumny deflegmacyjnej będzie się destylowało rozcieńczone roztwory aldehydu mrówkowego pod ciśnieniem, przewyższającym ciśnienie atmosferyczne. Przy tym aldehyd mrów-

kowy prawie ilościowo przechodzi jako przedgon i można go od razu zbierać w postaci stężonej. Destylację pod ciśnieniem w myśl wynalazku niniejszego można przeprowadzać w retortach z nasadzoną kolumną frakcjonującą albo też w samych kolumnach frakcjonujących.

Wyniku zastosowania deflegmatorów według wynalazku niniejszego nie można było przewidzieć. Można było raczej przypuszczać, że dzięki spowodowanemu dużemu spływowi powrotnemu cieczy wodnistej w kolumnie aldehyd, znajdujący się w postaci pary, będzie się ciągle ponownie rozpuszczał w tej cieczy wodnistej, a tym samym będzie ciągle przez nią zatrzymywany, gdyż na tym właśnie polega w ogóle zasada działania deflegmatorów, iż zatrzymują one wyżej wrzące składniki destylacji, które wracają do kolumny. Obecnie stwierdzono zupełnie nieoczekiwanie, że właśnie podczas pracy według wynalazku niniejszego aldehyd mrówkowy bynajmniej nie zostaje zatrzymany, lecz predestylowuje w postaci bardzo stężonej. Otrzymywany przy tym niedogon wbrew wszelkim oczekiwaniom nie zawiera aldehydu mrówkowego i można go unikając strat aldehydu wylać, co stanowi okoliczność, która nadaje wielką wartość techniczną sposobowi niniejszemu.

Według wynalazku niniejszego destylację pod ciśnieniem wykonywa się korzystnie, regulując ochładzanie deflegmatora w ten sposób, aby stosunek spływu powrotnego do destylatu wynosił więcej niż 2:1, a najkorzystniej 4:1 aż do 8:1.

Do wytwarzania względnie utrzymywania ciśnienia destylacyjnego wystarczy ogrzewać wodny roztwór aldehydu mrówkowego w zamkniętej wysokoprężnej kolumnie lub w retorcie dopóty, aż prężność pary rozwodnionego aldehydu osiągnie wartość ciśnienia roboczego danej aparatury, tak iż destylacja się rozpocznie. Przechodzące pary można skraplać w chłod-

dnicy odpornej na ciśnienie, a następnie usuwać je z aparatury. Żądane ciśnienie można utrzymywać w dowolny sposób. Można również jeszcze nieskroplone pary rozpręzać pozwalając im wypływać przez dyszę do zbiornika i dopiero wówczas skraplać je w zwykłej chłodnicy. Ciśnienie, jakie należy stosować w aparaturze, musi zgodnie z wynalazkiem być wyższe od atmosferycznego i na ogół może być dowolnie wysokie. Na ogół, im wyższe jest ciśnienie, w tym bardziej stężonej postaci destyluje aldehyd. Z drugiej strony jednak zbyt duże podwyższanie ciśnienia destylacyjnego, a tym samym temperatury destylacyjnej, nie jest korzystne, ponieważ w pewnych okolicznościach może nastąpić dość znaczny rozkład aldehydu mrówkowego na kwas mrówkowy i alkohol metylowy. Wykryto, że doskonałe wyniki otrzymuje się, jeśli ciśnienie podczas destylacji utrzymuje się w granicach 1,5—6 atm.

Za pomocą wynalazku niniejszego można roztwory aldehydu mrówkowego o dowolnych, np. również bardzo małych stężeniach, w bardzo prosty sposób przeprowadzać w produkt nadający się do sprzedaży.

Tak więc np. z roztworów 1—2% -owych aldehydu mrówkowego można odzyskiwać aldehyd mrówkowy z wydajnością prawie ilościową.

Przykład I. 15,6% -owy (wagowo) roztwór aldehydu mrówkowego poddano destylacji frakcjonowanej przy użyciu wysokoprężnej aparatury destylacyjnej, składającej się z retorty destylacyjnej, kolumny frakcjonującej, deflegmatora, chłodnicy i odbieralnika, pod ciśnieniem 1 atm, stosując 4 — 6-krotny spływ powrotny w stosunku do destylatu. 97,4% użytej ilości aldehydu mrówkowego otrzymano w postaci destylatu, jako roztwór, zawierający 31,8% wagowych aldehydu mrówkowego. Pozostałość w retorcie destylacyjnej za-

wierała zaledwie 0,04% wagowych aldehydu mrówkowego.

Przykład II. Roztwór, zawierający 3% wagowych aldehydu mrówkowego, przedestylowano w taki sam sposób, jak podano w przykładzie I. Jednakże pod nadciśnieniem 2 atm oraz utrzymując stosunek spływu powrotnego do destylatu, jak 5:1, 96% użytego aldehydu mrówkowego otrzymano w postaci destylatu jako 13%-owy roztwór. Niedogon zawierał 0,03% wagowych aldehydu mrówkowego. 78% użytej ilości aldehydu mrówkowego można, o ile to jest pożądane, oddzielić od razu jako przedgon, zawierający 30% wagowych aldehydu mrówkowego.

Wynalazek niniejszy można stosować w taki sam sposób, jeżeli roztwory aldehydu mrówkowego zawierają ponadto inne łatwo lub trudno lotne substancje, jak np. alkohol metylowy względnie inne trudno lotne substancje nieorganiczne albo organiczne. Tak więc np. można bezpośrednio według sposobu niniejszego przerabiać roztwory, zawierające oprócz aldehydu mrówkowego rozpuszczone sole obojętne. Sole te po odpędzeniu aldehydu mrówkowego odzyskuje się od razu z powrotem. W przypadku, gdy materiał wyjściowy oprócz aldehydu mrówkowego zawiera również inne ciała lotne, np. alkohol metylowy, wówczas z aldehydem odpędza się jednocześnie i alkohol metylowy i otrzymaną mieszaninę rozdziela za pomocą zwykłej destylacji.

Sposób niniejszy można wykonywać okresowo lub jako proces ciągły. W ostatnio wymienionym przypadku można np. roztwór aldehydu mrówkowego, przeznaczony do przeróbki, wprowadzać pod ci-

śnieniem do środkowej części kolumny deflegmacyjnej. Przy tym, praktycznie biorąc, cały aldehyd mrówkowy przechodzi w postaci destylatu, skąd go się bez przerwy odciąga, pozostałą zaś wodę względnie wyczerpany roztwór wodny odbiera się z dolnej części kolumny wysokoprężnej. Wytwarzanie i podtrzymywanie ciśnienia, jak już powiedziano wyżej, można osiągnąć za pomocą własnej prężności pary rozcieńczonego roztworu aldehydu mrówkowego, t. j. przez ogrzewanie w układzie zamkniętym. Można również w kolumnie tej wytwarzać i utrzymywać ciśnienie przez wtłaczanie dowolnego gazu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób stężania wodnych roztworów aldehydu mrówkowego, znamieny tym, że roztwory te destyluje się pod ciśnieniem wyższym od atmosferycznego przy użyciu kolumny deflegmacyjnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że chłodzenie deflegmatora reguluje się tak, aby stosunek między ilością cieczy, spływającej z deflegmatora z powrotem do kolumny, a ilością destylatu wynosił 2:1, najkorzystniej 4:1 aż do 8:1.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że przerabia się wodne roztwory aldehydu mrówkowego, zawierające rozpuszczone jeszcze inne trudno albo łatwo lotne substancje.

Deutsche Gold- und Silber-
Scheideanstalt
vormals Roessler.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.