

URZĄD PATENTOWY



BIBLIOT.

Urzędu Patentowego
Polskiej Republiki

CO7c 19/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

№ 86.

Kl. 12 02.

Richard Leiser i Fritz Ziffer,
Wiedeń (Austria).**Sposób otrzymywania chlorku metylu z chloru i metanu (gaz ziemny, gaz kopalniany) pod wpływem ultrafioletowego światła, i przyrząd do przeprowadzenia tego sposobu.**

Zgłoszono: 22 grudnia 1919 r.

Udzielono: 9 maja 1924 r.

Pierwszeństwo: 14 lutego 1919 r. (Austria).

Próby chlorowania metanu pod wpływem ultrafioletowego światła podejmowano już wielokrotnie. Warunków racjonalnego wytwarzania najniższego stopnia chlorowania, mianowicie chlorku metylu (CH_3Cl), dotąd nie wykryto, a tem mniej znana jest metoda wytwarzania chlorku metylu tą drogą na wielką skalę. W myśl niniejszego wynalazku osiąga się cel powyższy w ten sposób, że mieszaninę chloru i metanu, chłodząc ją równocześnie, przeprowadza się przez cylindryczne lub pryzmatyczne wydłużone komory reakcyjne, które wbudowane są w kierunku osi lub promienia żarówki z parą rtęciową, które to komory reakcyjne można zastosować pojedynczo lub serjami. Okazało się przy tem, że korzystnem jest dodać do mieszaniny gazów małe ilości pary wodnej,

przez co da się prawie zupełnie usunąć wydzielanie się elementarnego węgla w komorach reakcyjnych, które inaczej występuje w stopniu sprowadzającym duże niedogodności. Jako materiał wyjściowy korzystnie jest użyć mieszaninę około jednej części chloru i sześciu części metanu (gazu ziemnego, gazu kopalnianego), którą w sposób należyty dozjuje się i reguluje zapomocą wytrzymałych na chlor manometrów mierzących prąd gazu. Jeśli taką mieszaninę przeprowadzimy przez odpowiednie komory reakcyjne w wartkim strumieniu chłodząc ją równocześnie, wtedy otrzymujemy produkt reakcyjny, składający się przeważnie z chlorku metylu. Przy odpowiedniem uregulowaniu chłodzenia i prędkości gazów w przewodach, można stosunek składników mieszaniny zmie-

niać także w pewnych granicach bez spowodowania takiego przebiegu chlorowania, którego byśmy sobie nie życzyli. Pewną prędkość przepływu gazu trzeba jednak zachować, raz ażeby osiągnąć dobre przemieszanie się gazów wchodzących w reakcję, a powtórę, ażeby uniknąć zbyt wysokiego chlorowania skutkiem zbyt długiego przebywania gazów w komorach reakcyjnych.

Okazało się dalej korzystnym dodać do mieszaniny gazów ciał działających jako katalizatory wobec reakcji fotochemicznych, jako to śladów jodu lub bromu, dalej zaleca się dodanie do mieszaniny gazów nieco chlorowodoru gazowego, ażeby stworzyć tą drogą z góry pewną koncentrację chlorowodoru, przez co przeciwdziała się tworzeniu produktów zbyt wysokiego chlorowania, które się inaczej pojawiają, tak, że wydajność chlorku metylu się zwiększa.

Za komorą reakcyjną lub za serją komór ustawia się baterje płóczek (wieże), które służą do pochłaniania kwasu solnego powstałego przy reakcji, dalej nadmiaru chloru, a wreszcie także i pary wodnej. Do płókania gazowej mieszaniny poreakcyjnej można n. p. użyć najpierw wody, potem roztworu alkaliów żrących lub wapna, dalej roztworu tiosiarczanu sodowego, a wreszcie stężonego kwasu siarkowego.

Tak oczyszczona mieszanina gazów przechodzi potem do aparatury chłodzącej, składającej się n. p. z dwóch lub kilku wież lub komór z wbudowanymi elementami chłodzącymi. Pierwsza część aparatury chłodzona do temp. 0 do -20°C , służy do wydzielenia, ewentualnie występujących wyżej, chlorowanych produktów; w drugiej części oddziela się chlorek metylu przez ochłodzenie do temperatury znajdującej się tuż ponad jego punktem krzepnięcia. Poza aparatem do niskich chłodzeń, ewentualnie

nawet na jego miejscu, można urządzić aparaturę absorbcyjną, złożoną z jednej lub więcej wież, w których prąd gazu wchodzi w styczność z odpowiednim, należycie chłodzonym, rozpuszczalnikiem dla chlorku metylu podług zasady prądu przeciwnego. Jako takie rozpuszczalniki uwzględnić należy: benzol, toluol, ksylol, anilinę, dwumetyloanilinę, nitrobenzol, naftę i t. d.

Jeżeli istnieje kilka komór reakcyjnych połączonych w serje, to można wymienione aparaty płóczące i chłodzące i absorbujące włączyć po każdej komorze reakcyjnej lub też po grupie takich komór, albo wreszcie na końcu po wszystkich razem. W dwóch pierwszych wypadkach trzeba oczywiście przed wejściem do następnej komory reakcyjnej dodać znowu chloru do gazu.

Chlorek metylu uzyskany w aparacie do niskiego chłodzenia lub w aparacie absorbującym, czyści się przez destylację cząstkową.

Jako komora reakcyjna służy naczynie cylindryczne z lampą kwarcową lub uviolową, wbudowaną w kierunku osi, lub też rodzaj wieży, albo wydłużonej pryzmatycznej komory, w której lampy kwarcowe lub uviolowe wbudowane są w kierunku promienia przekroju. Ten ostatni sposób budowy zaleca się ze względu na łatwość wymieniania lamp. Jako materiału do budowy lub wyłożenia komory reakcyjnej zaleca się użyć takiego trwałego na kwas i chlor materiału, który posiada możliwie wielką zdolność odbijania działających promieni, jako to n. p. nieprzezroczysty kwarc, szkło mleczne lub płyty kamionkowe o jasnej polewie. Te komory reakcyjne można korzystnie włączyć serjami, a ich przekroje mogą wzrastać wraz z zasięgiem działających promieni, który jest tem większy, im mniejsza jest zawartość chlo-

ru. Komory reakcyjne; jak i ich dopływy i odpływy, muszą być zaopatrzone w przyrządy chłodzące.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania chlorku metylu z chloru i metanu (gazu ziemnego, gazu kopalnianego) pod wpływem ultrafioletowego światła, tem znamienne, że mieszaninę chloru i metanu korzystnie z dodatkiem małych ilości pary wodnej, przy równoczesnem chłodzeniu, przeprowadza się przez cylindryczne lub wydłużone pryzmatyczne komory reakcyjne z wbudowanymi żarówkami do par rtęciowych, położonemi w kierunku osi lub też promienia przekroju, które to komory reakcyjne zastosowuje się pojedynczo lub serjami.

2. Wykonanie sposobu podług zastrzeżenia 1, tem znamienne, że mieszaninę chloru i wodoru, w stosunku mniej więcej 1:6, przeprowadzamy szybkim strumieniem przez komory reakcyjne.

3. Wykonanie sposobu podług zastrzeżenia 1 i 2, tem znamienne, że dodaje się do mieszaniny gazów małych ilości katalizatorów, jako to par jodu lub bromu.

4. Wykonanie sposobu podług zastrzeżenia 1 do 3, tem znamienne, że mieszaninie gazowej dodaje się zapobiegawczo gazowego chlorowodoru, celem przeszkodzenia zbyt daleko idącemu chlorowaniu.

5. Wykonanie sposobu podług zastrzeżenia 1 do 4, tem znamienne, że mieszaninę poreakcyjną, po opuszczeniu komór reakcyjnych, oczyszcza się z kwasu solnego, chloru i ewentualnie pary wodnej, a potem przez stopniowe coraz niższe chłodzenie wydziela się zrazu wyższe produkty chlorowania, w końcu zaś chlorek metylu, przyczem te czynności przedsiębierze się po ukończeniu procesu w każdej z komór reakcyjnych lub grup tychże, albo wreszcie dopiero po wszystkich razem.

6. Wykonanie sposobu podług zastrzeżenia 1 do 5, tem znamienne, że do uzupełnienia oddzielenia włącza się, po aparatach do niskiego chłodzenia, lub na ich miejsce, urządzenie absorbcyjne, obsługiwane przez odpowiednie rozpuszczalniki dla chlorku metylu, przyczem chlorek metylu uzyskuje się z rozpuszczalnika przez destylację cząstkową.

7. Przyrząd do wykonania sposobu podług zastrz. 1 do 4, tem znamienne, że komory reakcyjne zbudowane są z materiału trwałego na chlor i kwasy, równocześnie dobrze odrzucającego promienie działające, lub też są wyłożone takim materiałem.

8. Przyrząd do wykonania sposobu podług zastrzeżenia 1 do 4, tem znamienne, że średnica komór reakcyjnych zwiększa się odpowiednio do zasięgu promieni, działających w każdorazowo obecnej mieszaninie gazów, czyli, że jest większa przy mieszaninach gazu uboższych w chlor.