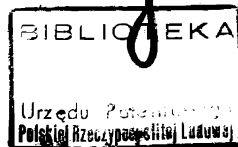


18 czerwca 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



BOA 11/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 5811.

Kl. 12 o 7.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób regenerowania katalizatorów rtęciowych.

Zgłoszono 12 lipca 1920 r.

Udzielono 13 września 1926 r.

Pierwszeństwo: 2 lipca 1914 r. dla zastrz. 1 — 3 (Niemcy); 24 czerwca 1915 r. dla zastrz. 4 (Austria).

W niektórych procesach, wykonywanych w obecności katalizatorów soli rtęciowych np. przy otrzymywaniu aldehydu octowego przez wprowadzenie acetyleny, przy wynobieniu estrów i eterów glikolu etylidowego i winylalowego staje się sól rtęciowa powoli nieczynną. Przy tem przechodzą katalizatory rtęciowe nie zawsze na płynną, metaliczną rtęć, ale powstaje obok płynnej rtęci więcej lub mniej mułu rtęciowego. Wynalazek dąży do regeneracji takich katalizatorów rtęciowych w postaci mułu. Regeneracja tych mułów rtęciowych połączona była dotychczas ze znacznymi trudnościami, prawdopodobnie dlatego, ponieważ starano się odnośne sole katalizatorowe, np. siarczan rtęciowy, otrzymać zpowrotem bezpośrednio

z masy wyczerpanej. Według niniejszego wynalazku możliwą jest łatwa regeneracja, jeżeli przeprowadza się muł rtęciowy najprzód w rtęć metaliczną i dopiero z tej rtęci wyrabia się odnośne sole katalizatorowe w stanie czystym o silnem działaniu.

Przerobienie mułu na metaliczną rtęć osiąga się według niniejszego wynalazku w ten sposób, że podgrzewa się muł, aż do zwęglenia domieszek organicznych. Przytem muł rozpada się na węgiel i rtęć metaliczną, równocześnie zostają zredukowane zawarte jeszcze w mule organiczne połączenia rtęciowe na rtęć metaliczną. Przerobienie rtęci metalicznej, wydzielającej się z węgla na połączenia działające katali-

tycznie, może być przeprowadzone znane-
mi sposobami.

Opisanym sposobem osiąga się ważny
wynik techniczny, ponieważ otrzymuje się
z mułu rtęciowego czyste połączenia rtęcio-
we, do samego przebiegu procesu wprowa-
dza się również stale tylko czyste, bardzo
skuteczne w działaniu katalizatory rtęcio-
we. Prócz tego nie wprowadza się żadnych
zanieczyszczeń do płynu reakcyjnego, co
wpływa dodatnio na wyrób aldehydu
octowego lub innych produktów z acety-
lenu.

Przykład I. Muł rtęciowy, otrzymany z
acetylenu przy wytwarzaniu aldehydu octo-
wego, który składa się naogół ze ścisłej
mieszaniny rtęci metalicznej, organicznych
zanieczyszczeń i poczęści jeszcze nie zre-
dukowanych organicznych połączeń rtęcio-
wych, ogrzewa się bezpośrednią płomieniem,
mieszając najlepiej po uprzednim prze-
myciu go wodą i usunięciu domieszanej
płynnej rtęci, w żelaznym kotle, aż do
zweglenia domieszanych organicznych sub-
stancyj. Główna część rtęci, zawartej w
mule, oddziela się przytem w postaci płyn-
nej, organiczne zaś połączenia rtęciowe zo-
stają przez węgiel również zredukowane
na rtęć metaliczną. Po ostudzeniu wypu-
szcza się płynną rtęć, rozdrabia miałko po-
zostałość, a węgiel przylegający do rtęci
oddziela się na drodze mechanicznej, np.
przez spławianie wodą. Resztki rtęci po-
zostałej w węglu mogą być odłączone je-
szcze na drodze chemicznej lub przedesty-
lowane. Rtęć otrzymuje się powyższą dro-
gą z mułu prawie bez pozostałości, przy
właściwym przeprowadzeniu procesu pozo-
stają tylko ślady rtęci w węglu.

Otrzymaną płynną rtęć przerabia się
znanymi sposobami na pożądane połącze-
nia, które mogą być stosowane, jako katali-
zatory.

Odświeżenie zużytych katalizatorów
rtęciowych można osiągnąć również oddzia-

ływaniem prądu elektrycznego na muł rtę-
ciowy w roztworze alkalicznym. Przytem,
jak stwierdzono, przechodzi muł ilościowo
w płynną metaliczną rtęć, która może być
następnie przerobiona sposobem elektroli-
tycznym lub innym na połączenia rtęciowe,
działające katalitycznie.

Dalsze doświadczenia dowiodły, że
można także odświeżać wyczerpane katali-
zatory rtęciowe, jeżeli poddaje się większą
ich ilość w kwaśnym roztworze przy wyso-
kiej temperaturze działaniu etylenu.
Stwierdzono bowiem objaw ciekawy, że ka-
talizatory rtęciowe, prawie zupełnie wy-
korzystane w procesie normalnym, mogą
przy użyciu ich w większych ilościach je-
szcze działać katalitycznie, przyczem prze-
chodzi większa część mułu rtęciowego w
płynną rtęć metaliczną. W pewnych wa-
runkach można także przerobić sposobem
niniejszym cały muł na płynną rtęć meta-
liczną.

Przy fabrykacji na większą skalę moż-
na z korzyścią połączyć oba sposoby od-
świeżania, tak że katalizator zużyty w pro-
cesie normalnym poddaje się najprzód w
większych ilościach działaniu acetylenu w
roztworze kwaśnym i tą drogą przerabia już
znaczną część mułu na rtęć płynną, potem
odświeża się pozostały muł na dnodze elek-
trolitycznej w roztworze alkalicznym.

Przy zastosowaniu procesu regeneracyj-
nego w roztworze kwaśnym postępuje się
korzystnie w ten sposób, że nie używa się
katalizatorów rtęciowych w procesie nor-
malnym, aż do zupełnego wyczerpania.
Usuwa się je z korzyścią z procesu nor-
malnego wtenczas, gdy zaczyna znacznie
słabnąć ich działanie katalityczne i podda-
je się je przeróbce odświeżającej, stosu-
jąc wielkie ilości.

Przykład II. 2000 części mułu rtęciowe-
go, otrzymanego z acetylenu przy wyrobie
aldehydu, w roztworze kwasu siarkowego,
oczyszcza się od zanieczyszczeń płóka-
niem, dodaje 400 części 10% ługu sodowe-

go i poddaje, wszystko mieszając, przy temperaturze 40—60° i 3—6 wolt napięcia, elektrolizie. Z korzyścią stosuje się elektrody żelazne. Rozczyn pieni się a muł rtęciowy przechodzi w płynną, metaliczną rtęć, należy tylko starać się o dalsze doprowadzenie mułu, co może być uskutecznione okresowo lub bez przerwy. Otrzymaną rtęć czystą, metaliczną i płynną można przerabiać znany sposóbem na drodze elektrolitycznej lub innej na połączenia rtęciawe albo rtęciowe, które mogą być następnie zużyte, jako katalizatory.

Tą samą drogą można regenerować muł rtęciowy, otrzymany nie tylko w roztworze kwasu siarkowego, lecz także w roztworze kwasu fosforowego, sulfonowego i tym podobnych połączeń.

Część zanieczyszczeń, zawartych w mułach, spala się pod wpływem prądu, reszta zawieszona jest w ługu. Ług oddziela się od czasu do czasu przez osadzanie od zanieczyszczeń i używa się go w dalszym ciągu. Przy katodzie oddziela się trochę orteci. Stężenie ługu sodowego lub potasowego, jak również i temperatura, mogą ulegać zmianom.

Przykład III. 300 części mułu, otrzymanego, jak w przykładzie I, poddaje się wraz z 500 częściami rozcieńczonego kwasu, np. 3—5% kwasu siarkowego, przy 60—90°C działaniu acetyleny. Proces przeprowadza się korzystnie, o ile przez płyn reakcyjny przeprowadza się nadmiar acetyleny tak, że płyn zostaje przemieszany, a aldehyd porwany acetylenem. Nadmiar acetyleny uwalnia się od aldehydu płokaniem i wprowadza się go zpowrotem do procesu. Działanie acetyleny podtrzymuje się tak długo, dopóki wytwarza się jeszcze uwagi godna ilość aldehydu.

Tą drogą przechodzi poważna część mułu w płynną, metaliczną rtęć.

Zapomocą płokania i suszenia może być dalsza niemała część pozostałości zamieniona na rtęć płynną. Z korzyścią stosuje się dla odświeżenia pozostałego mułu rtęciowego sposób, podany w przykładzie III.

Aldehyd, tworzący się prawie z wynikiem ilościowym przez następne działanie acetyleny, otrzymuje się znany sposóbem z roztworu wodnego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odświeżania mułu rtęciowego, wyczerpanego w procesach katalitycznych, znamieny tem, że muł przeprowadza się, np. działaniem prądu elektrycznego w roztworze alkalicznym, w rtęć metaliczną, z której mogą być zpowrotem otrzymane połączenia rtęciowe o działaniu katalitycznym w postaci czystej i silnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że wyczerpany muł rtęciowy poddaje się w większych ilościach działaniu acetyleny w roztworze kwaśnym, poczem ewentualnie jeszcze pozostały muł rtęciowy przerabia się według zastrz. 1.

3. Sposób według zastrz. 2, znamieny tem, że katalizatory rtęciowe jeszcze przed zupełnym wyczerpaniem poddaje się działaniu według zastrz. 2.

4. Wykonanie sposobu według zastrz. 1—3, znamienne tem, że przeprowadzenie mułu w rtęć metaliczną osiąga się przez ogrzanie go, aż do zwęglenia domieszek organicznych.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.