



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217 440

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 04 12 79
(21) (PV 8407-79)
(89) 807 608, SU
(32)(31)(33) Právo přednosti od 06 12 78
(2714116/04) SU

(51) Int. Cl. C 07 C 31/24

(40) Zveřejněno 26 03 82
(45) Vydáno 01 07 84

(75)
Autor vynálezu

DRUŽKOV VALERIJ NIKOLAJEVIČ,
ORLOV KONSTANTIN KONSTANTINOVICH,
OBRAZCOV ALEXANDR EFIMOVICH,
ŠOPOV SIMEON SANDOV,
ČANKOV STOJAN GEORGIJEV,
ZAPRJANOV MICHAEL PETKOV,
STOJMENOV CHRISTO TODOROV,

NOVOSIBIRSK,
NIŽNYJ TAGIL, (SU)
NOVOSIBIRSK, (SU)

DIMITROVGRAD (BG)

(54)

Způsob výroby pentaerytritu

Vynález se vztahuje ke zdokonalenému způsobu výroby pentaerytritu.

Způsob zahrnuje kondenzaci acetaldehydu s formaldehydem v přítomnosti katalyzátoru - hydroxidu vápenatého, vyloučení vápenatého iontu v podobě sraženiny, její filtraci a vyloučení pentaerytritu z kondenzačního roztoku známými způsoby.

Novost způsobu spočívá v oddělení iontu vápníku úpravou kondenzačního roztoku hydrogen uhličitane amonným.

Úprava se provádí při pH 6,5 až 7 a při snižování teploty kondenzačního roztoku z 45 až 50 °C na 38 až 40 °C.

217 440

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Заявлено: 06.II.78

Заявка: 27I4II6/23-04

МКИ² C07C31/24

Авторы: Дружков В.Н., Орлов К.К., Образцов А.Е.,
иностранцы Шопов Симеон Сандев,
Чанков Стоян Георгиев, Запрянов
Михаил Петков, Стоименов Христо Тодоров (НРБ)

Заявитель: 1. Новосибирский филиал Кемеровского научно-исследовательского института химической промышленности Кемеровского научно-производственного объединения "Карболит"

2. Иностранное предприятие

Стопанский химический комбинат (НРБ)

Название изобретения: СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕНТАЭРИТРИТА

Изобретение относится к области основного органического синтеза, а именно к усовершенствованному способу получения пентаэритрита.

Известен способ получения пентаэритрита путем конденсации формальдегида с ацетальдегидом при температуре 15-45°C в присутствии гидроокиси кальция в качестве катализатора, нейтрализации реакционной массы серной кислотой до pH 5-5,5, обработки полученной массы сульфатом натрия до полного осаждения гипса, фильтрования гипса с последующей кристаллизацией пентаэритрита и перекристаллизацией его из горячей воды. Выход пентаэритрита 90,7% [1].

Недостатком способа является невозможность выделения чистого целевого продукта непосредственно из реакционной массы.

Наиболее близким по технической сущности к предложенному является способ получения пентаэритрита путем конденсации формальдегида с ацетальдегидом при температуре 15-50°C в присутствии гидроокиси кальция в качестве катализатора, обработки реакционной массы карбонатом

натрия, фильтрации выпавшего карбоната кальция с последующей обработкой фильтрата 28% вес. водным раствором аммиака и выделением целевого продукта кристаллизацией. Выход пентаэритрита 83% на прореагировавший ацетальдегид. Чистота - 93% [2] .

Недостатком способа является низкая чистота целевого продукта (93%).

Целью изобретения является повышение чистоты целевого продукта.

Поставленная цель достигается тем, что в качестве карбоната в процессе обработки реакционной массы используют бикарбонат аммония и процесс ведут при снижении температуры реакционной массы с 45-50°C до 38-40°C.

Использование заявленного способа позволяет получить пентаэритрит чистотой 99,5%, что иллюстрируется следующими примерами.

Пример I.

Соотношение исходных реагентов: ацетальдегид: формальдегид: гидроокись кальция: вода = 1:5:0,6:80.

Загрузка исходных реагентов:

ацетальдегид 17%	- 260 г
формальдегид 37%	- 406 г
известковое молоко 10%	- 445 г
вода 100%	- 577 г
бикарбонат аммония 100%	- 95 г.

Режим процесса.

В реактор с мешалкой емкостью 2,5 л загружают формалин, известковое молоко и воду в количествах, указанных выше. Температура смеси после загрузки 18°C. Затем по каплям, в течение 80 минут, при перемешивании равномерно добавляют расчетное количество раствора ацетальдегида .

Температура реакционной смеси в конце подачи ацетальдегида 38°C. Реактор погружают в водяную баню, в течение 5 минут доводят температуру в нем до 45°C и выдерживают при этой температуре 15 минут. После выдержки

при температуре 45°C в реактор загружают 95 г бикарбоната аммония в сухом виде. В процессе растворения бикарбоната аммония и осаждения мела температуру в реакторе понижают до 38°C . После растворения бикарбоната аммония берут пробу на полноту осаждения ионов кальция. Согласно анализу, остаточное содержание ионов кальция 0,15%. Мел в течение 4 минут отфильтровывают на воронке Бюхнера и получают прозрачный бесцветный конденсационный раствор. Раствор упаривают при температуре 55°C до плотности 1,24 г/см³. Упаренную массу кристаллизуют в течение 8 часов с естественным охлаждением до 25°C . Полученную суспензию фильтруют на воронке Бюхнера, осадок на фильтре промывают двумя порциями воды с температурой 10°C по 50 мл и одной порцией 5%-ного раствора муравьиной кислоты-50 мл. После сушки получают 115 г пентаэритрита с температурой плавления $210-215^{\circ}\text{C}$ и зольностью 0,12%. Выход пентаэритрита в расчете на ацетальдегид 85%, чистота продукта 99,5%.

Пример 2.

Соотношение реагентов: ацетальдегид: формальдегид: гидроокись кальция: вода = 1:5:0,6:70.

Загрузка исходных реагентов:

ацетальдегид 18%	- 245 г
формальдегид 37%	- 406 г
известковое молоко 10%	- 445 г
вода 100%	- 412 г
бикарбонат аммония 100%	- 95 г.

Режим процесса.

В реактор, описанный в примере 1, загружают формалин, известковое молоко и воду. Температура смеси после загрузки 15°C . Затем по каплям, в течение 60 минут, добавляют раствор ацетальдегида. Температура реакционной смеси в конце подачи ацетальдегида 40°C . Реактор погружают в водяную баню и в течение 5 минут доводят температуру в нем до 50°C . Реакционную смесь выдержи-

вают при этой температуре 15 минут и затем загружают 95 г бикарбоната аммония. После растворения бикарбоната аммония и осаждения мела температуру в реакторе понижают до 40°C. Остаточное содержание ионов кальция 0,14%. После выделения пентаэритрита приемами, описанными в примере I, получают 117 г продукта с температурой плавления 215-220°C и зольностью 0,15%. Выход пентаэритрита в расчете на ацетальдегид 86%, чистота продукта 99,5%.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения пентаэритрита путем конденсации формальдегида с ацетальдегидом при температуре 15-50°C в присутствии гидроокиси кальция в качестве катализатора с последующей обработкой реакционной массы карбонатами, отличающийся тем, что, с целью повышения чистоты целевого продукта, в качестве карбоната используют бикарбонат аммония и процесс ведут при снижении температуры реакционной массы с 45-50°C до 38-40°C.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Авторское свидетельство СССР № 585149, кл.С07С 31/24, заявл. 11.03.74.
2. Патент Японии № 16013, кл.16В 424, опублик. 1962 (прототип).

А Н Н О Т А Ц И Я

Изобретение относится к области основного органического синтеза, а именно к усовершенствованию способа получения пентаэритрита.

Цель изобретения - увеличение степени выделения целевого продукта и улучшение его качества.

Способ включает конденсацию ацетальдегида с формальдегидом в присутствии катализатора - гидроокиси кальция, выделение иона кальция в виде осадка, фильтрацию осадка от конденсационного раствора и выделение пентаэритрита известными приемами. Новым в способе является выделение иона кальция обработкой конденсационного раствора бикарбонатом аммония.

Обработку производят при pH, равном 6,5-7, и при понижении температуры конденсационного раствора с 45-50°C до 38-40°C.

217 440

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby pentaerytritu kondenzací formaldehydu s acetaldehydem při teplotě 15 až 50 °C v přítomnosti hydroxidu vápenatého jako katalyzátoru s následujícím zpracováním reakční hmoty uhličitany, vyznačující se tím, že za účelem zvýšení čistoty požadovaného produktu se jako uhličitán použije hydrogen uhličitán amonný a postup se provádí při snižování teploty reakční hmoty z 45 až 50 °C na 38 až 40 °C.

Uznáno vynálezem na základě výsledků expertizy, provedené Státním výborem pro vynálezy a objevy SSSR, Moskva, SU