

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 78 (2).

IZDAN 1 OKTOBRA 1940

## PATENTNI SPIS BR. 16140

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler, Frankfurt a.M.,  
Nemačka.

Postupak za dobijanje pentaeritrita velike vrednosti.

Prijava od 19 septembra 1938.

Važi od 1 marta 1940.

Kod dobijanja pentaeritrita alkalnim kondenzovanjem formaldehida se acetaldehidom do sada su dobivani produkti čije su tačke topljenja uopšte ležale ispod 230°, t. j. dakle bile su zagađene znatnim količinama sporednih produkata. Ove nečistoće imaju uostalom nezgodu da se i naknadnim prekrystalisavanjem mogu samo veoma nepotpuno ukloniti potpuno nezavisno od toga što su pri tome morali biti uzimani u obzir uvek veći gubitci pentaeritrita. Dobijanje pentaeritrita naročito čistog i velike vrednosti postalo je u toliko hitan problem, što pentaeritrit kao što je poznato u modernoj tehnici eksploziva ima naročitu ulogu. Jasno je da stabilitet pentaeritrit-tetra-nitrata mora da se može u toliko bolje uporediti, u koliko je čistiji upotrebljeni početni materijal t. j. dakle sam pentaeritrit.

Po ovom se pronalasku sad prvi put pokazuje da je na jednostavan način moguće da se pentaeritrit dobije sa tačkom topljenja do 257°. Ovo po pronalasku uspeva na taj način što se rastvori koji sadrže pentaeritrit tako pripremaju koncentrisanjem i ostavljanjem da kristališu i što se pri tome vodi računa o prisustvu slobodnih kiselina u granicama od 1-10% korisno 2-6%. Kao takve kiseline dolaze u obzir: sumporna kiselina, fosforna kiselina, benzolsulfonska kiselina, sirćetna kiselina i t. sl.

Od naročitog je značaja ovaj postupak kod dobijanja pentaeritrita iz samih kondenzacionih komponenata. Pri tome se kao što je poznato formaldehid i acetilde-

hid u vodenom mediju kondenzuju pomoću alkalnih materija kao n. pr. kalcium hidroksidom. Pri tome se dobija vodeni reakcioni rastvor, koji pored pentaeritrita sadrži još druge materije po načinu šećera. U cilju dobijanja pentaeritrita se u ovom reakcionom rastvoru najpre neutrališe alkalno kondenzaciono sredstvo i tako da se po koncentrisanju dovodi do kristalizovanja.

Sad je po pronalasku bitno da se za vreme ostavljanja da se izvrši kristalizovanje stara za prisustvo povoljnih količina slobodne kiseline. Pri tome je opet naročito povoljno ako se slobodna kiselina dodaje već za vreme isparavanja. Po svoj prilici se pri tome odigravaju hemijske reakcije, koje su bitne za dobijanje naročito čistih pentaeritrita, ali koje zahtevaju izvesno vreme za njihov tok. Kao što je prijavilac dalje našao sada ni u koliko nije dovoljno da se opšte kiseli rastvori niste da se koncentrišu u rastvore koji sadrže pentaeritrita odnosno da se kristalizuju. Šta više se povoljni efekat koji se može postići po pronalasku postiže samo tada, kad su količine slobodne kiseline podešene između granica 1—10% u odnosu na zapreminu koncentrisanog rastvora. Kod ove vrste dobijanja pentaeritrita velike vrednosti direktno iz reakcione smeše korisno je, da se upotrebljuju jake kiseline pre svega mineralna kiselina, benzol-sulfonska kiselina i t. sl. Pri radu po ovom pronalasku javljaju se najpre dobiti čvrstog sirovog produkta manje no kod poznatih metoda i to prosto iz razloga, što je starija



produkcija još bila snabdevena znatnim količinama sastojaka koji ostvaruju nečistoću. Ako se ipak pokuša da se stariji nečisti preparati očiste čestim prekrystalisavanjem što je neizostavno, to pri tome dobiti opadaju daleko ispod dobiti koje se mogu po pronalasku postići, potpuno nezavisno od toga, što se pri tome nikada ne mogu dobiti tako čisti produkti kao kod rada po ovom pronalasku.

Primer: — Kotao za mešanje koji je snabdeven vijugavom cevi za hlađenje bio je napojen sa 1200 litara vode, ovde je uvedeno 400 kg (30 težinskih procenata) formaldehida tako, da se formaldehid imao u vidu, 7, % -nog rastvora. Ovom je rastvoru za vreme od 6 časova dodato 44 kg acetata koji je prethodno razblažavanjem vodom doveden na 25 %-ni rastvor. Ovim je u obrocima svakih pola časa dodato 43 kg kalcium hidrata u sitnom prahu. Kondenzaciona temperatura je pomoću hlađenja održavana između 15 i 16°. Po završenom kondenzovanju je reakcionoj smeši dodato dovoljno sumporne kiseline uz dobro mešanje tako, da je ne samo pretvaran celokupan kalcium oksid u gips nego je i preko toga reakcionu rastvor još iznosio 2,6 — 2,8% računato na niže navedenu konačnu zapreminu. Po odvajanju taloženog kalcium sulfata bistri rastvor je pri približno 90° koncentrisan do na približno 1/10 početne zapremine. Na ovu se tako dobivenu konačnu zapreminu odnose gore navedene sadržine slobodne kiseline kako su one po pronalasku bitne. Tako koncentrisani rastvori se zatim na po sebi poznat način dovode do kristalizovanja,

centrifugišu se i ispiraju sa malo vode. Tako dobiveni sirovi produkt se čisti jedanput prekrystalisavanjem pomoću vode. Pri tome je dobiven pentaeritrit sa tačkom topljenja od približno 255° i u dobiti od 45% teoriski moguće količine.

Po ovom pronalasku je uostalom takođe moguće da se već pripremljeni sirovi pentaeritrit podvrgava tretiranju koje vrši čišćenje. U ovom se cilju može rastvor pri prekrystalisavanju zakiseliti slobodnom sumpornom kiselinom, korisno za izvesno vreme zagrevati odnosno koncentrisati i zatim pustiti da se kristališe. Može se i čvrst sirovi pentaeritrit u cilju čišćenja izložiti tretiranju kiselinom, pri čemu su podesne i slabije kiseline kao n. pr. sirćetna kiselina. U interesu postizanja već dobiti pentaeritrita biće uopšte preporučljivo da se mera po pronalasku predvidi i kod samog dobijanja pentaeritrita, kao što je ovo od prilike pokazano u gornjem primeru.

### Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje pentaeritrita velike vrednosti iz rastvora koji sadrže pentaeritrita koncentrisanjem i ostavljanjem da se izvrši kristalizacija, naznačen time, što je potrebno prisustvo slobodnih kiselina u granicama od 1—10%, korisno između 2—6%, u odnosu na zapreminu koncentrisanog rastvora.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se već pre koncentrisanja zakiseljavanjem sumpornom kiselinom stara za prisustvo 1—10% korisno između 2—6% slobodne sumporne kiseline.