

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5).

IZDAN 1 SEPTEMBRA 1940

PATENTNI SPIS BR. 16017

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

Postupak za dobijanje akroleina.

Prijava od 24 juna 1939.

Važi od 1 januara 1940.

Naznačeno pravo prvenstva od 9 avgusta 1938 (Nemačka).

U patentima br. 15017 i 15018 je pokazano, da se kondenzovanjem acetaldehida i formaldehida može spravljati akrolein. Kod ovih reakcija se dobija smeša, koja pored akroleina kao glavnog proizvoda, sadrži još i nepromenjeni formaldehid i acetaldehid, malo krotonaldehida, metanola i u datom slučaju vode. Ako se ova sirova smeša preradi destilisanjem odnosno frakcionisanjem, to se javljaju nezgode na taj način, što se na dnu stubova u prelaznim lukovima, hladnicama i t. d. izdvajaju čvrste materije, koje između ostaloga sadrže paraformaldehid. Ovim se uslovljuju ne samo smetnje u radu, nego i štetno uticanje na dejstva frakcionisanja.

Sad se pokazalo, da se prerade sirovih smeša mogu izvoditi na naročito jednostavan i koristan način time, što se sirova smeša u vidu pare izlaže delimičnom kondenzovanju.

Pri tome se kod prvog kondenzovanja dobija izvesna smeša, koja sadrži najveći deo još nepromenjenog formaldehida. Konačni kondenzat pak sadrži pored akroleina i nepromenjenog acetaldehida samo još male količine formaldehida, tako, da se dalje frakcionisanje ovog kondenzata može izvoditi bez teškoća.

Delimično kondenzovanje se može izvoditi na proizvoljan način. Tako se mogu pare sirove smeše najpre voditi kroz jedan ili više kondenzacionih sudova, koji su toliko zagrejani, da se u ovima vrši samo delimično kondenzovanje. Pri tome se temperature ovih prethodnih kondenzatora

korisno održavaju višim no temperatura ključanja akroleina. U praksi se pokazalo, da se za ovo treba da održavaju temperature iznad tačke ključanja vode, i to korisno približno 5—40°. Kod prethodnog kondenzovanja dobivena smeša, koja je bogata formaldehidom može frakcionisanjem na po sebi poznat način n. pr. frakcionisanjem u vakuumu ili pod pritiskom preraditi u čvrst formaldehid odnosno visokoprocenčni rastvor formaldehida, koji se zatim opet može uvesti ponovo u produkcionu tok. Umesto pomenutih prethodnih kondenzatora mogu se za delimično kondenzovanje upotrebiti aparati sa stubovima. U ovom slučaju se smeša u vidu pare vodi u donji deo jednog stuba grejanog na temperature iznad tačke ključanja vode, pri čemu se kao povratni tok izdvaja i preraduje pomenuti kondenzat, koji je bogat formaldehidom.

Kod kondenzovanja zaostali sastojci u vidu pare se u datom slučaju po potpunom kondenzovanju preraduju u jednom daljem uređaju za frakcionisanje u čist odnosno visokoprocenčni akrolein. Na ovom mestu javljajući se nepromenjeni acetaldehid se takođe ponovo vraća u produkcionu tok.

Delimično kondenzovanje može biti proizvedeno pri proizvoljnom pritisku. Uopšte će se raditi pri običnom pritisku, no ipak se može efekat, koji se može postići po pronalasku, u datom slučaju još povećati time, što se parcijalno kondenzovanje izvodi pri smanjenom pritisku.

Ovaj postupak može, u koliko je u pi-

tanju prerada sirovih smeša u vidu pare koja je dobivena prema patentu br. 15018 gasnom katalizom, biti sa naročitom korišću primenjen na taj način, što se dobivena sirova smeša u vidu pare neposredno izlaže parcijalnom kondenzovanju u smislu ovog pronalaska.

Primer. — 68 gr formaldehida i 100 gr acetaldehida se za vreme od 5 časova prema patentu br. 15018 upućuje preko čvrstog kontakta pri temperaturi od 285°. Pri tome dobijajuća se reakciona smeša u vidu pare prolazi najpre kroz kondenzacioni sud, koji se održava na 107°. Ovde preostali deo u vidu pare se zatim dobro hladi i pri tome potpuno kondenzuje. Ovde se dobija pri toplom prethodnom kondenzovanju 1/3 ukupnog katalizata sledećeg sastava: 13 — 19% HCHO, 1—2 % krotonaldehida, ostatak H₂O.

Pri konačnom kondenzovanju dobivena smeša se sastoji iz 19—21% akroleina, 1—2% CH₃OH, 0,5—1% krotonaldehida, 20—23% acetaldehida, 3—4% HCHO. Najzad dobiveni konačni kondenzat se zatim frakcioniše i pri tome se dobija akrolein

sa sadržinom od 80—85%, prelazeći između 23¹/₂—65°.

Efekat, koji se može postići po pronalasku, nije se mogao predvideti. Kao što je poznato, rastvori formaldehida se prostom destilacijom daju koncentrisati odnosno obogatiti samo u neznatnom iznosu. Tome nasuprot uspeva po pronalasku da se jednostavnim prethodnim kondenzovanjem proizvede tako dalekosežni efekat razdvajanja, da se bar u uvodu opisane teškoće više ne javljaju.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobivanje akroleina iz sirovih smeša, kako se ove javljaju kod kondenzovanja acetaldehida i formaldehida, naznačen time, što se sirova smeša u vidu pare izlaže delimičnom kondenzovanju.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se delimično kondenzovanje sprovodi iznad tačke ključanja vode, korisno približno 5—40° iznad tačke ključanja vode.

Kod kondenzovanja sastoji se od potpuno kondenzovanja u jednom deljenu uređaju za frakcionisanje u čiji odnosno visokoprotentni akrolein. Na ovom mestu javljajući se nepromenjeni acetaldehid se takođe ponovo vrata u produkcionu tok. Delimično kondenzovanje može biti proizvedeno pri proizvoljnom pritisku. Uprkos tome da se radi pri običnom pritisku, no ipak se može efekat koji se može postići po pronalasku, u datom slučaju još povećati time što se parcijalno kondenzovanje izvodi pri smanjenom pritisku. Ovaj postupak može, u koliko je u pri-

U patentima br. 15017 i 15018 je pokazano da se kondenzovanjem acetaldehida i formaldehida može spravljati akrolein. Kod ovih reakcija se dobija čista, bez mirisa akroleina kao glavnog proizvoda, sadrži još i nepromenjeni formaldehid i acetaldehid, malo krotonaldehida, metano i u datom slučaju vode. Ako se ova sirova smeša prethodno destilacijom odnosno frakcionisanjem, to se javljaju metode na taj način, što se na dan stupova u prethodnim lukovima, hladnicama i t. d. izvode u različite materije, koje između ostalog sadrže parafomaldehid. Ovim se uslovljuje ne samo smetanje u radu, nego i štetno uticanje na dejstvo frakcionisanja.

Šad se pokazalo, da se prerada sirovih smeša mogu izvoditi na naročito jednostavan i koristan način time, što se sirova smeša u vidu pare izlaže delimičnom kondenzovanju.

Pri tome se kod prvog kondenzovanja dobija izvrsna smeša, koja sadrži najveći deo nepromenjenog formaldehida. Kod načini kondenzat pak sadrži pored akroleina i nepromenjenog acetaldehida samo još male količine formaldehida, tako, da se dalje frakcionisanje ovog kondenzata može izvoditi bez teškoća.

Delimično kondenzovanje se može izvoditi na proizvoljan način. Tako se mogu pare sirove smeše najpre voditi kroz jedan ili više kondenzacionih sudova, koji su toliko zakretani, da se u ovima vrši samo delimično kondenzovanje. Pri tome se temperature ovih prethodnih kondenzatora