

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 septembra 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11824

Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken Aktiengesellschaft,
Basel — Gampel, Švajcarska.

Postupak za spravljanje diacetila iz vodnjike drveta.

Prijava od 9 avgusta 1934.

Važi od 1 januara 1935.

Traženo pravo prvenstva od 4 septembra 1933 (Nemačka).

Nadjeno je da vodnjika iz drveta sadrži neočekivano relativno velike količine diacetila (CH_2 , CO , CO , CH_3) i srodne proizvode kao na pr. acetil-metil-karbida i da se uspeva da se na jedan jednostavan način ovi proizvodi dobiju u obliku čistog diacetila.

Po ovom pronalasku tretira se vodnjika iz drveta sa jednim rastvorom hidroksil-aminiklove soli, usled čega se acetil taloži u obliku poznatog diacetylgliksim taloga $[(\text{CH}_3)_2\text{C}_2(\text{NO})_2]\text{H}_2\text{Ni}$, koji se po-te dalje preradjuje na diacetyl. Talog diacetylgliksim nikla sadrži okludovano još razne nečistoće, koje je teško ispiranjem odstraniti. Zbog tog je korisno da se taloženje ne izvodi u sirovoj vodnjici, nego da se ista posle neutralisanja podvrgne destilaciji i taloženje diacetila vrši u destilatu. Samo se po sebi razume da se i destilat može direktno da uvodi u rastvor za taloženje.

Radi povećavanja prinosa u diacetyl mogu se diacetyl srodna jedinjenja, koja se nalaze u vodnjici, kao na pr. acetylmetilkarbinol jednim oksidujućim tretiranjem neutralizovane vodnjike ili destilata na pr. sa slabim oksidacionim sredstvima, kao ferihloridom da prevedu u diacetyl.

Radi dalje prerade taloga ovaj se dobro ispere i dobro suši, na pr. sa strujom vazduha na oko 100° . Ako se želi da dobije jedan vrlo čist proizvod od vrlo velike je važnosti dobro ispiranje i sušenje taloga.

Talog se zatim tretira sa razblaženim kiselinama, usled čega se diacetyl oslobadja. Sa

ekstrakcionim sredstvima kao na pr. sa etrom može se diacetyl izvući iz rastvora a zatim destilovanjem i odvojiti od ekstrakcionog sredstva.

Sredstvo za taloženje koje je regenerisano sa kiselinom, a koje se sastoji iz hidroksilamina i nisolove soli, može se uvek upotrebiti u ciklusu za nova taloženja.

Samo se po sebi razume da se kao vodnjika mogu tretirati i svi slični ili i drugi proizvodi kao proizvod vrenja, koja sadrže diacetyl a iz kojih ga treba dobiti.

Ovim postupkom uspelo je, da se izoluju i ekonomski iskoriste proizvodi od velike vrednosti, čije se prisustvo u vodnjici i sličnim proizvodima do sada nije uočilo ni cenilo i koji su zbog toga u njima ostajali neiskorišćeni. Time su ovoj industriji pruženi novi putevi za preradu njenih sporednih proizvoda. Tako se može na pr. celishodno uključiti u poznati proces prerade vodnjike iz drveta u sirćetnu kiselinu, metilalkohol i t. d. dobivanje diacetila iz vodnjike a da se time ne remeti niti šteti tok ove fabrikacije. Radi povećavanja prinosa, treba pokušati, da se proces ugljenisanja drveta tako vodi, da sirova vodnjika sadrži po mogućstvu mnogo ovakvih korisnih proizvoda.

Ovaj postupak ima to preimućstvo nad postupkom sintetičnog spravljanja diacetila što se upotrebljuju bezvrednosni odnosno veoma jeftini sirovi proizvodi nasuprot skupim polaznim materijama sintetičke metode.

Primeri:

1). 1000 cm³ vodnjike iz drveta sa oko 2 g. diacetila pošto se neutrališu sa sodom podvrgnu se destilaciji dok ne predje oko 200 cm³. Destilat se tretira sa 300 cm³ 20% rastvora, koji se sastoji iz jednakih delova hidroksil-amin-hlorida i nikelo-hlorida. Talog se cedi, pere i suši u struji vazduha na 100°. Zatim se diacetilgliksimikal tretira sa 100 cm³ 10% hlorovodonične kiseline, doda se oko 30—50 g. kuhinjske soli i oslobodjeni diacetil ekstrahuje se etrom. Etar se oddestiluje iz ekstrakcionog rastvora a zaostali diacetil čisti jednom daljom frakcionom destilacijom. Prinos je bio 1.5 g. diacetila.

2). 1000 cm³ vodnjike neutrališu se sa krečom i odvoje od nagradjenog taloga kalcium-acetata. Filtratu se dodadu 200 cm³ jednog približno 30% rastvora ferihlorida i destiluje se dok ne predje jedno 200 cm³ destilata. Destilatu se doda 100 cm³ jednog 20% rastvora hidroksil-amina i nikelo hlorida. Dobiveni talog se prelije sa odgovarajućom količinom hlorovodonične kiseline i preradi kao u primeru 1, dobivaju se oko 6 gr. diacetila.

3). 5 litara vodnjike se podvrgne sa oko 8 g. diacetila destilaciji dok ne predje oko 100 cm³. Destilatu se doda oko 250 cm³ 20% rastvora natriumacetata (može da se doda i natrium karbonat i tome slično) na šta se rastvor tretira sa 500 cm³ 20% rastvora, koji se sastoji iz jednakih delova hidroksilamin hlorida i nikelo hlorida. Crveni voluminozno pahuljičasti talog se cedi, pere i dobro suši u struji vazduha na 100°. Zatim se sa diacetilgliksimikal tretira sa 500 cm³ 10% hlorovodonične kiseline, doda se oko 150 g. kuhinjske soli oslobodjeni diacetil ekstrahuje se sa etrom i preradi na čist diacetil po primeru 1. Dobiveno je oko 6.5 g. diacetila.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje čistog diacetila iz vodnjike iz drveta ili drugih proizvoda, koji sadrže diacetila, naznačen time, što se diacetil, koji se nalazi u vodnjici iz drveta ili proizvodima spravljenim iz nje, taloži na poznat način sa jednim rastvorom hidroksil amin-niklove soli i što se talog koji se sastoji iz diacetil-gliksima dalje preradjuje na diacetil.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time što se vodnjika iz drveta neutrališe i podvrgne destilaciji, na šta se taloži diacetil iz destilata.

3. Postupak po zahtevima 1 i 2, naznačen time, što se destilat uvodi direktno u tečnost za taloženje.

4. Postupak po zahtevima 1—3, naznačen time, što se vodnjika iz drveta pre ili posle neutralizacije, ili destilat, tretiraju sa jednim slabim sredstvom oksidacionim, na pr. ferihloridom.

5. Postupak po zahtevu 1—4 naznačen time, što se talog diacetilgliksima radi dalje prerade odvoji od rastvora cedjenjem ili centrifugiranjem, zatim dobro pere i dobro suši na pr. sa strujom vazduha od oko 100°

6. Postupak po zahtevu 1—5, naznačen time, što se isprani i osušeni talog tretira sa razblaženim kiselinama, time oslobodjeni diacetil izvuče iz rastvora pomoću jednog ekstrakcionog sredstva na pr. etra i zatim odvoji destilacijom ekstrakciono sredstvo od diacetila.

7. Postupak po zahtevima 1—6 naznačen time, što se sa kiselinama regenerisano sredstvo, koje se sastoji iz hidroksil-amina i niklove soli u ciklusu upotrebljava uvek ponovo za jedno novo taloženje.