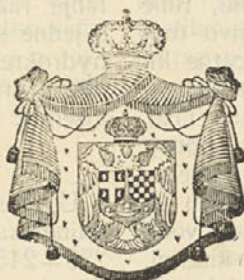


KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 6 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Juna 1926.

PATENTNI SPIS BR. 3666

Dr. Hermann Suida, profesor na tehničkoj visokoj školi, Mödling kod Beča.

Postupak za spravljanje koncentrirane ocatne kiseline iz razrijeđene ocatne kiseline.

Prijava od 12. juna 1924.

Važi od 1. maja 1925.

Traženo pravo prvenstva od 26. juna 1923. (Austrija).

Kako je poznato, neda se razrijeđena ocatna kiselina bilo kojeg stepena čistoće kao vrejući ocat, otpadna ocatna kiselina kod acetilovanja u industriji organskih preparata i boja, sirova drvna ocatna kiselina drvne destilacije etc. jednostavno preraditi frakcioniranom destilacijom na visoko koncentriranu ocatnu kiselinu od 80% usljed male razlike između parnih napetosti vode i ocatne kiseline. Hoće li se izbjeći okolišnom putu preko soli ocatne kiseline, to preostaje za dobivanje kiseline još mogućnost ekstrakcije. Iz literature poznati pokusi u tom pravcu osnivaju se svi na ekstrakciji ocatne kiseline sa organskim rastopnim sredstvima, koja u vodi nisu ili su samo malo rastopiva, za ocatnu kiselinu pokazuju ali znatnu moć rastopljenja i koja nadalje posjeduju niže vrelište nego li ocatna kiselina; do sada su na primjer bila navedena: aethyl-ov eter, ocatni eter, benzol, kloroform i t. d. Dobivanje ocatne kiseline iz rastopnog srestva usljeduje frakcioniranom destilacijom, pri čemu se destilira rastopno srestvo i preostane u ostatku ocatna kiselina.

Pri tome se je uvijek pokušavalo, usavršiti razdiobu ocatne kiseline i vode kod ekstrakcije time, da se dodaju razrijeđenoj ocatnoj kiselini anorganične soli, koje snizuju rastopljivost ocatne kiseline u vodi. Unatoč tome ne može se sprečiti, da uvijek takode veće ili manje množine vode dospiju u ekstrakciono srestvo, tako, da dakle konačna koncentracija u ostatku preostale ocatne kiseline ni u kakvom slučaju nije bila zadovoljiva. Tehničko iskorištenje nisu dosegli svi do sada poku-

šani postupci, što je lako razumljivo obzirom na nimalo ugodan efekt i visoku cijenu upotrebljenih rastopnih srestava.

Našlo se je, da se ekstrakcijskim postupkom može postići veoma znatno ugodniji rezultat, ako se upotrebe za ekstrakciju razrijeđene ocatne kiseline takova rastopna srestva, koja kod malih ili neznatnih rastopivosti u vodi i visoke moći rastopljenja za ocatnu kiselinu, posjeduju znatno više vrelište nego li čista ocatna kiselina. Ako se pod ovakovim uslovima po poznatoj ekstrakcionoj metodi, na pr. u kolonskom aparatu i uz primjenu protustrujnog principa skoro potpuno oduzme ocatna kiselina svojoj razrijeđenoj vodenoj, rastopini pomoću rastopnog srestva, to kod slijedeće destilacije ekstrakta neće kao kod gore imenovanih postupaka odestilirati rastopno srestvo i preostati ocatna kiselina kao ostatak, već će ocatna kiselina odestilirati i preostati rastopno srestvo.

Time se izabire ne samo jedan od gore imenovanih razilazeći se postupak, već se postiže potpuno novi tehnički efekt. Doduše ne može se takode kod predstojećeg postupka isto tako kao kod gore imenovanih postupaka direktno dobivati ekstrakcijom 100-percentna ocatna kiselina. Dočim kod gore imenovanih postupaka nije moguće odstranjenje vode, prešle u rastopno srestvo, pomoću odestiliranja rastopnog srestva, usljeduje ovde kod preradbe ekstrakcione mješavine šire odstranjenje vode odnosno šira koncentracija ocatne kiseline.

Ovaj novi efekt ima svoj razlog u tome, da se u jednoj ternernoj mješavini od ocatne

kiseline, vode i visoko vrijućeg rastopnog sredstva veoma jako snizi parni pritisak ocatne kiseline a pritisak vode vrlo neznatno, time da se vodena para skoro neprimjetljivo topi u rastopnom sredstvu, dočim para ocatne kiseline veoma jako (usporedi: Nernst „Theoretische Chemie“ 8—10. Aufl. strana 116). Ovi uslovi nisu dati kod odsuća rastopnog sredstva višeg vrelišta, isto tako u homogenoj mješavini vode i ocatne kiseline, pošto se jako tope koliko para ocatne kiseline u vodi, toliko takođe vodena para ocatnoj kiselinu. Dakle smo u položaju, da iz jednog takovog visoko vrijućeg sredstva za rastopljenje, koje sadrži na pr. samo 30%-nu ocatnu kiselinu, dobijemo pomoću destilacije ocatne kiseline različite jakosti, dočim rastopno sredstvo kod donekle odgovarajuće deflegmacije preostane kao ostatak.

Primjer I.

10%-na vodenasta ocatna kiselina i sirovi paklinin krezol dovode se jedan drugom nasuprot u prikladnoj ekstrakcionoj koloni, pri čemu specifično lakši vodeni udio teče odozdo prema gore specifično teži krezol odozgo prema dole. Otječući vodeni udio sadrži sada samo nekoliko stotinki procenata ocatne kiseline, dakle je praktički slobodan od ocatne kiseline, dočim je iz aparata otječući paklinin krezol praktički potpuno otegnuo ocatnu kiselinu njezinoj vodenoj rastopini, pri čemu je doduše krezol primio takođe stanovite množine vode. Sa ocatnom kiselinom opterećeni krezol podvrgne se destilaciji u destilnom mješuru sa nasadenim rektificirnim stupom kod koje usljed velike razlike vrelišta između ocatne kiseline i krezola uspije, da se krezol praktički potpuno zadrži u aparaturi, dočim se predestilira ocatna kiselina sa vodom, sadržanom još u krezolu. Imamo u ruci, da prikladnim odjeljenjem destilata u dve frakcije dobijemo u prvoj 7—10%-nu, u drugoj 70—75%-nu ocatnu kiselinu. Dočim je zadnja sposobna za direktnu preradbu na tehnički ledeni ocat, dovodi se prva natrag u ekstrakcioni proces i preraduje skupno sa svježom 10%-nom kiselinom.

Primjer II.

Ekstrahira li se na analogan način cirka 25%-na vodenasta ocatna kiselina sa hidriranim paklininim krezolom, to se vodenastoj rastopini isto tako praktički potpuno otegne kiselina, u koliko se ekstrakcija provede odgovarajuće intenzivno. Otječući hidrirani krezol daje kod destilacije destilat, koji se hvata u dve frakcije, čijih prva pokazuje sadržinu ocatne kiseline od 23—24%, druga takovu od 80—85%.

Ako se na primjer od ekstrakcije dolazeći, sa ocatnom kiselinom obogaćeni hidrirani

krezol destilira u kontinuirano djelujućoj destilacionoj aparaturi, koja ne dozvoljava hvatanje različitih frakcija, to se dobiva iz ove s jedne strane od kiseline oslobođeni heksahidrokrezol, koji se dovodi natrag k ekstrakciji, s druge strane 60% vodenasta ocatna kiselina.

Primjer III.

Upotrebi li se za ekstrakciju 25%-ne kiseline katranovo ulje bukovine sa vrelištem 220—245°, to se dobiva kod načina rada, navedenog u primjeru I, 23%-na razrijeđena ocatna kiselina, koja odlazi natrag k ekstrakciji i 80%-na koncentrirana ocatna kiselina, koja se može direktno preraditi na ledeni ocat.

Primjer IV.

Upotrebi li se za ekstrakciju 10%-ne ocatne kiseline mješavina od 4 dijela sirovog krezola i 1 dijela visoko vrijućeg katranovog ulja kamenog ugljena (antracenovog ulja), to se dobiva kod praktički potpune ekstrakcije ocatne kiseline slijedećom destilacijom ekstrakta 8—10%-na razrijeđena kiselina koja se natrag dovodi k ekstrakciji i 78—80%-na koncentrirana ocatna kiselina, dočim se od ocatne kiseline oslobođeno ekstrakciono sredstvo upotrebljuje za ekstrakciju novih množina ocatne kiseline.

Označeni proces može se ali napraviti takođe veoma ekonomičnim u pogledu toplote, da se destilacija preduzme ili posvema ili djelom u vakuumu i da se koliko od ocatne kiseline oslobođeno ekstrakciono sredstvo, toliko takođe pare odestilirane kiseline upotrebe za predgrijanje od ekstrakcije dolazećeg, sa ocatnom kiselinom obogaćenog rastopnog sredstva.

Kao rastopno sredstvo za predmetni postupak sposobne su u prvoj vrsti kisika sadržeće organske tečnosti, odn. hidroksilove skupine sadržeće organske supstance sa vrelištem ležećim iznad 150°. Imenuju se jedno-vrednosti fenoli sa isključenjem karbolove kiseline na pr. krezoli, više-vrednosni fenoli, naročito u obliku njihovih etera na pr. guajakol, homologni i slični fenoli hidrirani fenoli, na pr. heksahidrokrezoli, visoko vrijući alifatični i ciklični ketoni, nadalje visoko vrijuće masne kiseline, konačno naravne ili vještačke mješavine gore imenovanih tipova jedinjenja, osobito teška drvna katranova ulja (kreozoti), katranova ulja smeđeg ugljena i katranova ulja kamenog ugljena.

Patentni zahtjev:

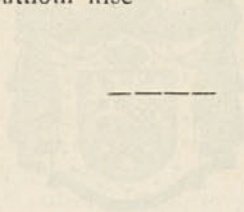
Postupak za spravljanje koncentrirane ocatne kiseline iz razrijeđene ocatne kiseline, na značena time, sto se razrijeđena ocatna ki-

selina najrazličitejšeg porijekla ekstrahira sa rastopnim srestvima, primajućim ocatnu kiselinu, koja su samo u tragovima ili u opće nisu rastopiva u vodi a posjeduju bitno veće vrelište nego li čista ocatna kiselina, iz rastopnog srestva, nakrcanog sa ocatnom kise-

linom, dobiva ocatna kiselina u koncentraciji, sposobnoj za direktno preradivanje na ledeni ocat i od ocatne kiseline oslobođeno, kod destilacije preostalo rastopno srestvo vodi natrag u ekstrakcioni proces.

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Patent 4. (S)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

izdan 1. jula 1928.

PATENTNI SPIS ST. 3689

Dr. Hermana Sulda, vrsničiteljni profesor, Mödling, Avstrija.

Postupak za postolovanje koncentrirane ocatne kiseline iz razredene ocatne kiseline.

Prijavio dne 26. januara 1925.

velja od 1. jula 1928.

U skladu sa zakonodavnom pravicom u dne 4. marca 1924 (Avstrija).

Znana je, da se razredena ekstrahirana razredena ocatna kiselina, koja se dobiva iz razredene ocatne kiseline, koja su samo u tragovima ili u opće nisu rastopiva u vodi a posjeduju bitno veće vrelište nego li čista ocatna kiselina, iz rastopnog srestva, nakrcanog sa ocatnom kise-

linom, dobiva ocatna kiselina u koncentraciji, sposobnoj za direktno preradivanje na ledeni ocat i od ocatne kiseline oslobođeno, kod destilacije preostalo rastopno srestvo vodi natrag u ekstrakcioni proces.

linom, dobiva ocatna kiselina u koncentraciji, sposobnoj za direktno preradivanje na ledeni ocat i od ocatne kiseline oslobođeno, kod destilacije preostalo rastopno srestvo vodi natrag u ekstrakcioni proces.

linom, dobiva ocatna kiselina u koncentraciji, sposobnoj za direktno preradivanje na ledeni ocat i od ocatne kiseline oslobođeno, kod destilacije preostalo rastopno srestvo vodi natrag u ekstrakcioni proces.

