

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Razred 6 (5)

Izdan 1. Jula 1930.

PATENTNI SPIS ŠT. 7177

Dr. Hermann Suida, vseučiliški profesor, Mödling, Avstrija.

Postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kiseline iz razredčene očetne kiseline
Prijava z dne 16. januarja 1929. Velja od 1. februarja 1930.

Izumitelj je opisal preje postopke za dobivanje koncentrirane očetne kiseline, pri katerih morejo pridobiti očetno kiselino potom ekstrakcije s topilnim sredstvom, ki je v vodi težko topljivo ali se sploh ne da topiti iz razredčene kiseline, na pr. iz surove lesne očetne kisline. Kod taka topilna sredstva pridejo v poštev olja, ki so v vodi težko topljiva ali se pa slah ne dajo topiti, ki začnejo nad 150° vreti, na primer surova težka katranova olja iz bukovine brez omejitve vrelišča na zgoraj.

Pri navadni ali pri vakuum-destilaciji lesnega katrana ostane približno 50% mehke smole kot ostanek u posodah. Ta ostanek se da na znan način destilirati na koks in daje pri tem 20—50% težkih olj, ki začnejo nad 150° vreti in katerih vrelišče sega do precej preko 300. Dobljena količina takih olj je torej včasih ravnotako velika, kakor količina olj katranove destilacije, ki vrejo nad 150°. Kemična kakovost teh olj je v bistvu enaka oni gori imenovanih težkih olj lesnega katrana in prevladujejo v uporabljenih frakcijah olja z visokim vreliščem, namreč ona z vreliščem med 220° in 320°C, glede kemične kakovosti je navesti, da vsebujejo ta olja spojine s hydroxyl-skupinama, pretežno karakterja pyrogallola in njegovih di-aethrov.

Našlo se je, da so ta olja ali pa njihove frakcije ravnotako dobro pripravne v svrhe koncentracije očetne kisline, kakor ona, ki so v gori imenovanih patentih kot primeri

navedena; v razloček od težkih katranovih olj naj se v bodoče imenujejo „smolnata olja“.

Pri sahariranju lesa po znanih postopkih ali pa pri ekstrakciji lesa z olji, katera pustijo celulozo v bistvu nedolaknjeno, ali pa pri razklopu lesa z alkalijevimi lužninami ali sulfidnimi lužninami dobimo vedno več ali manj spremenjene lignine kot ostanke v raztopini. Vse te ligninove mase, ligninove smole, stanične smole, ki se tvorijo v substanci ali se pa dobivaju iz razklopnih lužnin potom izparivanja ali oddestiliranja, dajo pri suhi destilaciji precejšne množine smolnalih olj, katera začnejo vreti nad 150° in katerih zgornja vreliščna meja leži bistveno nad 300°. Razume se da so ta olja bistveno slične kemične kakovosti kot gori omenjena olja pridobljena po destilaciji mehke katranske smole, kakor izhaja ta smola skoro izključno iz lignina lesa.

Našlo se je, da su ta surova olja ali poljubne njihove frakcije ravnotako pripravne za svrhe koncentracije očetne kisline, kakor olja, ki so kot primeri navedena v zgoraj imenovanih patentih.

Prednost, katera leži v uporabi te vrste ekstrakcijskih sredstev, obstoja v tem, da napravimo materijalije, katere se dajo le težko iskoristiti, mnogokrat pa tudi sploh ne, za svrhe koncentracije očetne kisline prvič korisne. V večini slučajev povzroči se manjša topljivost tako označenih olj v

vodi, napram dosedaj poznanim topilnim sredstvom za svrhe koncentracije ocelne kisline nadaljno tehnično prednost.

Primer 1.

Mehko katransko smolo bukovine destiliramo vse do koks; dobimo surovo olje, katero začne vreli nad 200° in katerega gornjo vreliščno mejo izberemo svrhi odgovarajoče pri 310° , v količini približno 30% mehke smole. Z ozirom na vrsto smole so dobljene količine frakcij različne; uporabljamo olja ali surova ali pa jih destiliramo frakcionirano in uporabimo najizdatnejšo frakcijo na pr. frakcijo $280-320^{\circ}$ za koncentracijo ocelne kisline po enem izmed uvodoma omejenih patentov.

Primer 2.

Lesni katran smreke oslobodimo potom destilacije z vodno paro ali v vakuumu od hlapnih terpenov, ostanek destiliramo na pr. v vakuumu vse do koks. Pri tem dobimo težka v vodi praktično netopljiva olja, ki začnejo vreli nad 150° , največkrat nad 200° in ki ima zgornjo vreliščno mejo nad 300° ter ih moremo jako dobro uporabljati v svrhe koncentracije ocelne kisline po omenjenih patentih.

Primer 3.

Navadno stanično smolo podvržemo suhi destilaciji; pri tem dobimo poleg vodenih kislin in alkoholičnih destilatov ligninova olja, ki vrejo precej nad 150° in katerih zgornja vreliščna meja leži bistveno nad 300° . Ta olja ali njihove frakcije so izvršno prikladne v svrhe koncentracije ocelne kisline po navedenih patentih.

Primer 4.

Ako sahariramo les potom ene izmed znanih kislinskih metod, ostane lesov lignin kot netopljiv katranast ali smolast ostanek. Ta kislinski lignin podvržemo suhi destilaciji in dobimo poleg drugih destilatov

z nižjimi vrelišči znatne množine olj, ki so v vodi praktično netopljiva, ki začnejo vreli nad 150° in katerih zgornja vreliščna meja leži bistveno nad 300° . Ta olja ali njihove frakcije uporabljamo surova za svrhe koncentracije ocelne kisline po navedenih patentih.

Primer 5.

Ako ekstrahiramo les z organičnimi ekstrakcijskimi sredstvi, na pr. z večvalentnimi alkoholi, fenoli ali drugimi olji, potem ostane po oddestilaciji ekstrakcijskega sredstva lesov lignin v več ali manj spremenjenem stanju kot ligninov katran ali ligninova smola. Ako podvržemo ta lignin suhi destilaciji, dobimo poleg drugih destilatov, veliko množino olj, ki so v vodi praktično netopljiva, ki vrejo nad 150° , katerih zgornja vreliščna meja leži nad 300° in ki so surova ali deljena v frakcije izvršno pripravna za svrhe koncentracije ocelne kisline po gori navedenih patentih.

Tudi lignini, katranove ali ligninove smole, ki se pridobivajo na drug način, dajo topla sredstva za navedeno svrhu.

Patentni zahtev:

Postopek za pridobivanje koncentrirane ocelne kisline iz razredčene ocelne kisline potom ekstrakcije v tekoči ali parolični fazi s topilnim sredstvom, ki je v vodi težko topljivo ali netopljivo, ki pa ima za očetno kislino visoko zmogljivost topljenja in ki vre nad 150°C , označen s tem, da se uporablja kot topilno oziroma koncentracijsko sredstvo surova olja, ki vrejo nad 150°C , ali njihove frakcije, katera olja vsebujejo spojine s hydroxyl-skupinama, pretežno karakterja pyrogallola in njegovih diatherov, in katera olja se dobi ako se izvede destilacija mehke smole lesnega katrana ali pa lesnega lignina sve do koks.