

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRISKE SVOJINE

Klasa 23 (2)

Izdan 1. Oktobra 1929.

PATENTNI SPIS BR. 6360

Holzverkohlungs-Industrie A. G., Konstanz u Badenu, Nemačka.

Postupak za skoncentrisavanje isparljivih alifatičnih kiselina.

Prijava od 8. avgusta 1928.

Važi od 1. februara 1929.

Pronalazak se odnosi na pretvaranje razređenih, isparljivih alifatičnih kiselina, naročito razređene sirćetne kiseline, u koncentrisan oblik.

Poznato je već koncentrisanu sirćetnu kiselinu iz vodenog rastvora spravljati na taj način, što se kalcium-acetat u velikom višku unosi u voden rastvor sirćetne kiseline, pa se nagrađena kisela so, koja se u hladnoći odvoji i pošlo se odvoji od ostatka tečnosti, podvrgne destilaciji.

Nađeno je sad, da se pomoću soli, koje su kao na pr. kaliumacetat u stanju, da sa kiselinom, koju treba skoncentrisavati ngrade kisele soli, koje se mogu izdvojiti, da se pomoću istih soli mogu iz dotičnih kiselina izvući i organski rastvarači, sa izvrsnim uspehom. Usled toga postoji mogućnost, da se kiseline, koje su rastvorene u organskim rastvaračima, kako se to često u tehnici dešava, na jedan prost način dobijaju u koncentrisanom obliku.

Ali ovaj fakat omogućava istovremeno i skoncentrisavanje vodenih rastvora kiselina, naročito vodenog rastvora sirćetne kiseline i to sa izvanredno dobrim tehničkim i ekonomskim uspehom.

Pronalazak se može na pr. izvoditi tako, da se na voden rastvor kiseline, na pr. razređene sirćetne kiseline, dejstvuje rastvaračima, koji su u stanju, da, s jedne strane rastvore veće količine kiseline, a koje se, s druge strane opet, lako mogu odvojiti od vode. Od takvih rastvarača dolaze na pr. u obzir aceton, ili ulja destilacije drveta,

etar, butilalkoholi i t. d. U datom slučaju može se podesnost rastvarača za ovu specijalnu svrhu povećati još naročitim dodacima. Tako se na pr. dodatak benzola acetonskim uljima ili butil-alkoholu pokazao povoljan, pošto je na taj način jako smanjena kako rastvorljivost na pr. acetonskih ulja u vodi, tako i rastvorljivost vode u acetonskim uljima, a uz to se usled veće razlike u specifičnoj težini brže izdvajaju obe tečnosti.

Ako se mešaju jednaki delovi acetonskih ulja i vodenog rastvora sirćetne kiseline, onda je raspodela sirćetne kiseline u vodi i u organskom rastvaraču od prilične 1:1. Pri radu po principu suprotnog slrujanja može se iz smeše vode i kiseline praktično uvez izvući celokupna kiselina. Postupa se na pr. tako, da se razređena sirćetna kiselina odozgo uvedi u jednu podesnu aparaturu, na pr. jednu kolonu, dok se organski rastvarač uvedi u istu odozgo, pa se shodno cilju u finoj raspodeli sprovodi kroz vodenu tečnost, na pr. tako, da se u obliku mnogih, malih perlica penje kroz istu. Tada se u gornjem delu kolone skuplja organski rastvarač, koji sadrži sirćetnu kiselinu, dok dole obilazi voda.

Iz dobivenog rastvora kiseline u organskom rastvaraču može se izvući kiselina na prost način dejstvom sa kalcium-acetatom, na pr. tako, da se rastvor u jednoj drugoj ekstrakcionalj koloni dovede u dodir sa koncentrisanim rastvorom kaliumacetata, i to najbolje po principu suprotnog

strujanja. To biva na pr. tako, da rastvor kalijum acetata ulazi ogozgo u kolonu, dok rastvor kiseline u organskom rastvaraču odozdo, pa se isti sprovodi u suprotnom pravcu kalcijum-acetatu, pod takvim okolnostima, da napusti intiman dodir. Postupak se može izvoditi na običnoj temperaturi ili na nešto povišenoj temperaturi, na pr. na 30 do 40° od prilike. Tada organski rastvarač izlazi na gornjem kraju kolone, dok na donjem kraju odilazi acetatni rastvor. Iz ovoga se hlađenjem može izdvojiti nagrađena kisela so. Izdvajanje se potpomaže kretanjem, na pr. tako da se tečnost pušta da otiče kroz oluke koji se hlađe i pokreću. Pošto se nagrađena kisela so odvojila od tečnosti, može se iz te soli dobiti kiselina na pr. destilacijom kiselog acetata, koji se po potrebi prethodno može sušiti, na pr. pomoću vrelog vazduha. Pri tome treba izbeći škodljive temperature, na pr. od 300° i više, koje bi mogle izazvati neželjene sporedne reakcije, kao na pr. nagrađivanje acetona. Destilacija se na pr. može izvoditi na temperaturama od oko 200°; može se raditi u vakuumu ili bez njega. Acetat, koji zaostaje kao i acetatni rastvor mogu se ponova vratiti u proces. U mesto da se nagrađena kisela so na pr. kiseli kalijum acetat preradi razlaganjem u koncentrisanu kiselinu, može se ista upotrebiti i sama po sebi, ili se može preraditi na drugi način, na pr. spravljujući iz nje druge soli estara i t. slično.

Mesto kalijum acetata mogu se upotrebiti i druge podesne soli, na pr. acetati drugih alkalnih ili zemnoalkalnih metala, u datum slučaju i smeše soli. Soli, odnosno smeše soli mogu se upotrebiti na pr. i u obliku njihovih koncentrisanih rastvora ili u čvrstom obliku. U ovom poslednjem slučaju preporučuje se upotreba nešto povišenih temperatura i dobro mešanje soli sa rastvorima, na koje se dejstvuje.

Ovaj je postupak podesan za skoncentriranje razređenih kiselina, na pr. sirćetne kiseline raznih koncentracija, na pr. sirće od vrenja, sporedni proizvodi sirćetne kiseline, kao oni na pr. koji odpadaju pri fabrikaciji acetil-celuloze, i u drugim fabrikatima. Ali je isti podesan i za skoncentriranje sirovog drvenog sirćeta. Pri izradi ove sirovine, koja se po potrebi može podvrgnuti prethodnom izdvajajućem teru, pokazalo se, da jedan deo prisutnih empireumatičkih sastojaka prelazi doduše u organski rastvarač, ali da ne prelazi u rastvore kalijum acetata. Mravlja kiselina, koja bi eventualno bila prisutna ne prelazi u kristale.

Postupak pruža to veliko preim秉stvo, što se da izvesti bez utroška toploće ili sa

veliko neznačnim utroškom toploće, koji praktički uzev ne dolazi u obzir.

Dalje je nađeno, da u mnogim slučajevima nije potrebno da se nagrađena kisela so prvo izoluje kao takva, već da je često korisno da se ista dalje preradi neposredno u obliku u kome se dobija, dakle na pr. u obliku kaše ili u obliku njenog koncentrisanog rastvora, na pr. na taj način, što se ti rastvori zagrevaju do takve temperature, na kojoj iz njih predestilisavaju koncentrisane kiseline. Ovaj se način rada pokazao naročito podesan na pr. pri upotrebi natriumove soli sirćetne kiseline ili smeša soli, koje sadržavaju natriumovu so.

Tako na pr. kisela natriumova so sirćetne kiseline dobivena u koncentrisanom rastvoru ili u kašastom obliku pri zagrevanju na 170—200° otpušta sirćetnu kiselinu u koncentrisanom obliku. Pri upotrebi vakuuma dovršeno je predestilisavanje sirćetne kiseline potpuno već na 220°. Ovaj način rada ima između ostalog i to preim秉stvo, što je znalo uprošćena aparatura, instalacija za hlađenje, centrifuge; a drugi aparati, koji su potrebni za izvađanje izkrstalisanе soli postaju potpuno nepotrebni. Ovaj način rada podesan je na pr. i za preradu sirovog drvenog sirćeta, jer ter koji se eventualno nalazi u dobivenoj soli, postaje gotovo potpuno nerastvoran na temperaturama 200—220° i može se lako izdvojiti.

Isto tako se smanjuju i gubitci u organskim rastvaračima, jer se sve operacije mogu preduzeti u zatvorenim sudovima. I ako ovde odpada iskristalisavanje soli, ipak ovaj postupak daje kiselinu velike čistote, jer se sve nečistote u prvim frakcijama destilacije, kao i veliki deo iz poslednjih frakcija mogu lako odvojeno hvatati prilikom predestilisavanja koncentrisane kiseline; a ova se opet pomoću jedne ponovne destilacije može odvojiti od izvesnih tela, čija je tačka ključanja viša.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za pretvaranje razređenih, isparljivih, alifatičnih kiselina u koncentrisan oblik, naznačen time, što se na rastvore kiseline u organskim rastvornim sredstvima dejstvuje solima, koje su u stanju da sa dotičnom kiselinom nagrade kisele soli, a ove se opet mogu na pr. tako iskoristiti, što se iz njih razlaganjem izvlači kiselina u koncentrisanom obliku.

2. Postupak prema zahtevu 1, naznačen time, što se na vodene rastvore razređenih, isparljivih, alifatičnih kiselina dejstvuje organskim rastvornim sredstvima, koja su u stanju da rastvore kisele soli i koja se lako mogu odvojiti od vode, pa se potom iz

organiskog rastvarača izvlači kiselina, shodno zahtevu 1.

3. Postupak shodno patentnim zahtevima 1 i 2 naznačen time, što se na sirćetu kiselini, u daljem slučaju na sirovo drveno srće, dejstvuje podesnim rastvornim sredstvima, na pr. acetonskim uljima, ili smešama rastvornih sredstava, na pr. acetonskih ulja i benzola, pa se iz dobivenog rastvora izvuče kiselina pomoću kalijum-acetata ili pomoću smeše ove soli na drugim acetatima.

4. Postupak shodno zahtevima 1 i 2, naznačen time, što rastvor kiseline u organskom rastvornom sredstvu dolazi u dodir sa rastvorom soli po principu suprotnog strujanja, na pr. u kolonama ili t. sl.

5. Postupak shodno patentnim zahtevima

1—4 naznačen time, što se iz vodenih rastvora, koje treba prerađivati izvlači kiselina što je moguće više pomoću organskih rastvornih sredstava, po principu suprotnog strujanja, pa se po tom dobivena smeša rastvora prerađuje dalje, shodno cilju u smislu zahteva 4.

6. Postupak shodno patentnim zahtevima 1—5, naznačen time, što se kisele soli, koje su se nagradile usled dejstva rastvora kiseline u organskim rastvornim sredstvima sa čvrstim ili potpuno ili delimično rastvorenim solima ili smešama soli, radi daљe prerade u koncentrisane kiseline ne izoluju prethodno već se u istom stanju u kome se izdvoje, zagrevaju do takvih temperatura, na kojima kiseline predestilišu u koncentrisanom obliku.

Poznato je da se sastojak za pripremu alkoholne rastvorne soli u komponovanju sastoji od razvedjenog raspaljivanjem ovog rastvora na levu mogu upotrebiti primjer kao odgovara za komparativne mjeritve. Pre teme se pojavljuje ta nezgoda da sastojak sastavljeni učinkovito bila skoro krasivo bez obzira pod različitim okolnostima ne raspaljuje gotovo 10 minuta ili samo nešto manje od tog vremena. To dolazi usled toga, što sastojak je uvek bezvredno, neosetljivo već na vruće vreme. Sustav rastvarača preuzimajući u sebi sastojke sastojice za jednu rastvarajuću sredstvu.

Nadomjestiti je moguće uvedenjem posebnih sastojaka, ali oni ne mogu da ovlače kiselini, nego da se uvek uveruju uvećajući taj učinak. Uvedeni u sebi alkoholni rastvori su rastvarači za drugom organskom rastvaračem, uvedenim uvezanom sa sastojak kiselini ili kakve

solje, naročito soli, koja je moguće izvlačiti sastojak sastavljeni u komponovanju. Tako se takođe može uvećati sastojak ulja. Uvećanje toga dejstva gove navedenih sastava traje nekoliko sati i više, već specifično u kog je vrednosno.

Podaci je smeša sastojaca:

13 jednog smeša od 30 velenja spiruline, 25 delova acetona, 10 delova benzola i 10 delova karbonata rastvore se 10%, etarski ulja i 10%, matrimono soli, stearinsko kiselinu. Etarska ulja mogu biti: ulje od eukaliptusa, ulje od tute, ulje smreke (venje), limunovo ulje ili smeša istih.

Poznato je da se sastojak za pripremu alkoholne rastvorne soli u komponovanju sastoji od razvedjenog raspaljivanjem ovog rastvora na levu mogu upotrebiti primjer kao odgovara za komparativne mjeritve. Sustav rastvarača preuzimajući u sebi sastojke sastojice za jednu rastvarajuću sredstvu.

