

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (6)

Izdan 1 oktobra 1933.

## PATENTNI SPIS BR. 10371

Prof. Dr. Leiser Richard, Wien, Austrija.

Postupak za izdvajanje jedne ili više komponenta iz sistema tečnosti od tri ili više komponenta.

Prijava od 30 avgusta 1932.

Važi od 1 marta 1933.

Traženo pravo prvenstva od 2 septembra 1931 (Austrija).

Predmet pronalaska sačinjava postupak za izdvajanje jedne ili više komponenta iz sistema tečnosti, koji sadrži tri ili više komponenta. Poznato je, da se može iz jednog sistema, koji sadrži u sredstvu za rastvaranje rastvorenu jednu ili više materija, jedna ili više materija izdvojiti pomoću drugog sredstva za rastvaranje, koje se sa pomenutim rastvorom jako malo (što je moguće manje) meša, dok materiju ili materije, koje želimo izdvojiti jako rastvara. Isto tako mogu se iz rastvora odstraniti nepoželjene primese zgodnim biranjem ekstrakcijskog sredstva, dok za to vreme materija, koju želimo izdvojiti ostaje rastvorena u sredstvu za rastvaranje, iz koga se istom kasnije odvaja. Ali ove ekstrakcijske metode ne dozvoljavaju u svim slučajevima odvajanje željene komponente iz sistema.

Na pr. ne može se alkohol, koji je istodobno rastvoren sa vodom u nekom sredstvu za rastvaranje, jednostavnom ekstrakcijom pomoću nekog drugog sredstva, koje se sa ovim praktički ne meša, bez vode odvojiti, jer ono sredstvo, koje rastvara alkohol ipak uvek rastvara i nešto vode. Kao dalji primjer se može navesti dobivanje koncentrirane sirćetne kiseline iz vodenog rastvora. I u ovom slučaju nije moguće iz vodenog rastvora sirćetne kiseline, ovu bez vode dobiti pomoću sredstva za rastvaranje, koje se ne meša sa vodenim rastvorom a sirćetnu kiselinu jako dobro rastvara, jer se još uvek više ili manje vode rastvara. Radi toga se kod dobivanja čiste

sićetne kiseline postupilo na pr. na taj način, da se koncentrisana sirćetna kiselina dobivena posle oddestiliranja sredstva za rastvaranje, podvrga ponovnoj ekstrakciji, ali većinom pomoću nekog drugog sredstva za rastvaranje. Na ovaj način je potrebno dva puta destilirati i pored toga se opet ne dobije kiselina potpuno bez vode. Općenito rečeno do sada poznatim načinima ekstrakcije pomoću selektivnih sredstava za rastvaranje može se postići samo do izvesne granice koncentracija, odnosno odvajanje željene komponente, što u mnogim slučajevima ne odgovara želji (nije dovoljno). Potpuno odvajanje je istom onda postignuto, kad se uspe od sistema više materija na pr. alkoholi-voda-sredstvo za rastvaranje ili sirćetna kiselina-voda-sredstvo za rastvaranje doći do takvih sistema dveju materija (ili više materija) na pr. alkohol-sredstvo za rastvaranje ili sirćetna kiselina-sredstvo za rastvaranje, koji se na lak način mogu rastaviti (na pr. destilacijom).

Ovo pitanje se rešava dalje opisanim pronalaskom, koji se sastoji u tome, da se smeša tečnosti obrađuje u svrhu odvajanja jedne ili više komponenta u sistemu od tri ili više materija sa komponentom (komponentama) koju želimo odvojiti u obliku tečnosti, koja se sa smešom tečnosti poguetima kod kojih se radi samo ograničeno (što je moguće manje) meša. Ako je komponenta (odnosno ako su komponente) koju treba odvojiti sama za se tekuća i

sa smešom tekućina se samo ograničeno meša, to se može u čistom obliku, ili takođe u smeši sa sredstvima za razređivanje, koja ne povišuju sposobnost mešanja, upotrebiti. U protivnom slučaju mora se komponenta odnosno moraju se komponente u takvim sredstvima za rastvaranje rastvoriti ili sa takovim dodatcima upotrebiti, da nastaje tekućina, koja se samo ograničeno meša sa sistemom više materija. Isto tako se može u sistemu od više materija dodatkom izazvati ograničeno mešanje t. j. neograničeno mešanje odstraniti. U svakom slučaju se daje već postojeće ograničeno mešanje istim sredstvima još dalje ograničiti. To je i poželjno, da se pomenuti dodatci dodaju tekućiti, kojom se ispira ili smeši, koju treba obrađivati istom u fokusu protutočnog pranja i na svaki način u više delova, jer na pr. na početku procesa pranja može da postoji ograničeno mešanje bez ikakvih ili sa vrlo malim dodatcima, dok pri koncu, gde su materije, koje treba odvojiti, u mnogo jačoj koncentraciji može biti potrebno dodavanje mnogo većih množina materija, koje ograničavaju mešanje. Nadalje se može postojeće svojstvo mešanja dalje sniziti time, da obrađivanje počne kod temperature, kod koje je mešanje manje nego kod normale; većinom je to slučaj kod niže temperature. Obradivanje se izvršuje u protivnom smeru.

Tekućina, koja se upotrebljava za obrađivanje sistema od tri ili više materija i koja se sastoji od komponente, koju treba odvojiti ili ovu sadržava, zvaće se u daljem radi jednostavnosti »tečnost za pranje«.

Bitnost pronalaska u ovom postupku se sastoji u tom, da ili ona komponenta, koju treba odvojiti, prelazi iz »tečnosti za pranje« u sistem više materija ili da nepoželjne komponente iz smeše tekućina, koja se obrađuje, prelazi u tečnost za pranje, ili da se obadvoje istodobno događa. Tečnost za pranje, koja otiče može se upotrebiti za sledeći ekstrakcijski proces ili odeljeno za se preraditi. Ovaj proces ispiranja ili izmene ima izvesnu analogiju sa procesom, koji se događa u koloni za rektifikaciju kod frakcionirane destilacije. Tamo se isto tako odvaja jedan deo čistog konačnog proizvoda, da bi se drugi sastavni deo u protivnom smeru isprao, odnosno potisnuo. Samo kod rektifikacije se radi o delovanju plinovite faze na tekuću, dok u navedenom slučaju dve tekuće faze deluju jedna na drugu.

Ista analogija postoji između poznate ekstrakcije u protivnom smeru i procesa u koloni aparata za kontinuiranu rektifikaciju. Tako kao i tamo ograničuju se i ovde oba procesa kod povoljnog položaja rav-

noteže faza tako, da je time omogućeno potpuno rastavljanje dveju ili više materija.

Na nekoliko primera će se razjasniti na koji način može novi postupak poslužiti za dobivanje čistih materija ili za njihovo odvajanje iz rastvora.

#### Primer 1.

Dobivanje bezvodnog alkohola.

1 kg 95%-tnog alkohola meša se u 49 kg frakcije petroleuma koja vri oko 200° C i ova smesa se obrađuje sa 11.5 kg apsolutnog alkohola u protivnom smeru. Na taj način se dobije s jedne strane 12.25 kg apsolutnog alkohola a s druge strane 0.24 kg 80%-tnog alkohola. Iz prve tekućine se može dobiveni apsolutni alkohol, koji predstavlja gotov proizvod, rastaviti destilacijom. Jedan deo ovog se povraća natrag u proces. 0.24 kg 80%-tnog alkohola se može na pr. posle sakupljanja veće količine, pomoću rektifikacije pretvoriti u 95%-tni i kao takav poslužiti za izhodni proizvod. Od 0.95 kg alkohola, koji se u obliku 1 kg 95%-tnog alkohola uvodi u proces, po odbitku apsolutnog alkohola, koji se vraća u proces dobija se 0.76 kg apsolutnog alkohola, dok ostali 0.19 kg ostaje kao sporedni produkt u 80%-tnom alkoholu.

#### Primer 2.

Dobivanje sirćetne kiseline bez vode (koncentrisane).

Ekstrakcijom ili na bilo koji drugi način dobiveni rastvor, koji se sastoji iz 100 kg uljne kiseline, 19 kg sirćetne kiseline i 1 kg vode (20 kg 95%tne sirćetne kiseline), ispira se u svrhu potpunog odstranjenja vode u protivnom smeru sa 36 kg bezvodne sirćetne kiseline. Da bi se potpuno mešanje obeju tečnosti sprečilo, može se dodati ili smeši ugljiko vodik sa višom tačkom ključanja ili sirćetnoj kiselini, kojom se ispira neko sredstvo, koje smanjuje rastvornost na pr. 4 kg glicerina. Kao produkt obrađivanja u protivnom smeru dobija se s jedne strane smeša, koja se sastoji iz 100 kg uljne kiseline, 49 kg sirćetne kiseline i 1 kg glicerina a s druge strane smeša iz 6 kg sirćetne kiseline, 1 kg vode i 3 kg glicerina. Iz prve smeše se može jednostavnom destilacijom dobiti 49 kg sirćetne kiseline bez vode, od kojih se 36 kg upotrebljava za ponovni proces dok 13 kg tvore konačni produkt. Ostalih 6 kg sirćetne kiseline ishodne smeše su u tečnosti za ispiranje u obliku 85%-tne sirćetne kiseline. Iz ove poslednje se može sirćetna kiselina na koji bilo od poznatih načina na pr. ekstrakcijom i destilacijom dobiti i podići na koncentraciju od 95% posle čega se može sjediniti sa ishodnim produktom.

Zaostalih 100 kg uljne kiseline sa u njoj rastvorenim malim množinama glicerina, mogu se upotrebiti opet kao sredstvo za rastvaranje daljih množina sirćetne kiseline, koju treba odvojiti od vode, dok 3 kg glicerina, dobivenog iz tečnosti za pranje mogu se dodati koncentrisanoj sirćetnoj kiselini, koja će se upotrebiti za pranje u procesu.

### Primer 3.

Koncentracija sirćetne kiseline u smeši tečnosti.

Ekstrakcijom 10%-tnog vodenog rastvora sirćetne kiseline pomoću hloroforma dobija se rastvor, koji se sastoji iz 10 kg sirćetne kiseline, 5.9 kg vode i 420 kg hloroforma (t. j. 15.9 kg 63%-tne sirćetne kiseline rastvorene u hloroformu). Ova smeša tečnosti se ne može obrađivati sirćetnom kiselinom bez vode pranjem u obrnutom smeru, jer se sirćetna kiselina potpuno meša sa ovom u svakom odnosu. Ali postoji izvesna koncentracija vodenog rastvora sirćetne kiseline, kod koje se ograničava mešanje sa pre navedenom smešom, a ta koncentracija odgovara 87%-tnoj sirćetnoj kiselini. Ako se pre navedeni rastvor obrađuje vodenim rastvorom sirćetne kiseline, čija je koncentracija niža od 87%, dakle leži između 87% i 10% (koncentracije izhodne sirćetne kiseline), to se koncentracija u hloroformu rastvorene kiseline povećava. Kod izvesne koncentracije kiseline, koju upotrebljavamo za pranje i kod određenih odnosa množina, koji se mogu naći za svako pojedino sredstvo za rastvaranje ili smešu opitima, moguće je podići koncentraciju rastvorene sirćetne kiseline do maksimalne vrednosti, u navedenom slučaju do 87%. U tu svrhu se rastvor hloroforma obrađuje u protivnom smeru sa 197 kg 47%-tnog vodenog rastvora sirćetne kiseline (104 kg vode, 93 kg sirćetne kiseline). Pri tome se dobija prvi rastvor (hloroform sloj), koji se sastoji iz 434 kg hloroforma, 93 kg sirćetne kiseline i 14 kg vode (107 kg cca 87%-tne sirćetne kiseline u hloroformu) i jedan drugi rastvor (vodeni sloj), koji se sastoji iz 96 kg vode, 11 kg sirćetne kiseline i 1 kg hloroforma (107 kg 10%-tne sirćetne kiseline). Iz prvog rastvora se može koncentrirana sirćetna kiselina rastaviti od hloroforma destilacijom i predstavlja konačni produkt, dok drugi rastvor, koji predstavlja razređenu sirćetnu kiselinu ide natrag u ekstrakcijski proces. Za pranje potrebna 47%-tna sirćetna kiselina može se na razne načine dobiti, tako na pr. razređenjem jednog dela gotovog proizvoda sa vodom ili sa 10%-tnom ishodnom kiselinom.

Neekonomično bi bilo veliki deo gotovog proizvoda opet razređivati. Radi toga je bolje postupiti tako, da se jednostavno ekstrahira 10%-tna sirćetna kiselina sa hloroformom i posle oddestiliranja hloroforma dobivena 63%-tna sirćetna kiselina razredi sa vodom na 47% i ta kiselina upotrebi za pranje. Na taj način dobijemo polazeći od 103 kg sirćetne kiseline u obliku 10%-tne, 93 kg 87%-tne u hloroformu rastvorene odnosno gotovog proizvoda odgovarajuće koncentracije a samo 10 kg u obliku 10%-tne kiseline, koja se povraća natrag u proces. Za pranje se može upotrebiti i na koji bilo drugi poznati način dobivena razređena kiselina. Tako se može na pr. kod dalje koncentracije 87%-tne kiseline, koja se može postići ili destilacijom ili ponovnom ekstrakcijom ili pomoću jednog u vodi netopivog sredstva za rastvaranje, dobiti kao sporedni proizvod kiselina, koja se može upotrebiti za pranje. Dodatkom 40 kg benzina rastvoru hloroforma pre ili postepeno za vreme pranja u svrhu sniženja rastopnosti, može se upotrebiti 70%-tna sirćetna kiselina za pranje i prema tome dobiti kao konačni proizvod 93%-tna kiselina.

### Patentni zahtevi:

1. Postupak za odvajanje jedne ili više komponentata iz homogenog tečnog sistema triju ili više materija naznačen time, što se smeša tečnosti ispira sa komponentom odnosno komponentama, koje treba odvojiti, u takvom obliku, da se ove pod uvetima obrađivanja ne mešaju ili samo ograničeno mešaju sa smešom, iz koje se odvaja.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se komponenta odnosno komponente, koje treba odvojiti, upotrebljavaju u čistom stanju kao tečnosti za ispiranje, ako su tekuće i ako se sa smešom tečnosti samo ograničeno mešaju.

3. Postupak po zahtevu 2, naznačen time, što se u svrhu dobivanja pogodne tečnosti za pranje komponenti odnosno komponentama, koje treba odvojiti, dodaju izvesne materije, čime se postiže uklanjanje potpunog mešanja ili ograničenje već postojećeg ograničenog mešanja na još uže granice.

4. Postupak po zahtevu 1, 2 i 3 naznačen time, što se smeši tečnosti, koju treba obraditi, dodaju dodatci (odnosno sredstva za razređenje) koji potpuno mešanje uklanjaju ili već postojeće ograničeno mešanje još više ograničavaju.

5. Postupak po zahtevu 1 do 4, naznačen time, što se dodatak vrši pre pranja

ili za vreme pranja najedanput ili postepeno.

6. Postupak po zahtevu 1 do 5. naznačen time, što se temperatura kod koje se radi, izabere takva, kod koje je mešanje najmanje.

7. Postupak po zahtevu 1 do 6, naznačen time, što se obradivanje (pranje) vrši u protivnom smeru.

8. Postupak po zahtevu 1 do 7, naznačen time, što se smeša tečnosti, u kojoj je jedna ili više komponenata odvojena, na poznati način rastavi i jedan deo konačnog produkta, prema potrebi posle dodatka materije, koja mešanje ograničava, upotrebi za obradivanje novih množina smeše prvotnih tečnosti.

9. Postupak za obradivanje vodenog ekstrakta dobivenog ekstrakcijom sirove sirćetne kiseline sa sredstvom za rastvaranje, koje se potpuno meša sa sirćetnom kiselinom prema zahtevima 1 i 3 do 8, nazna-

čen time, što se kao tečnost za obradivanje upotrebi sirćetna kiselina, koja se sa vodom tako razredi, da se ne meša sa ekstraktom, pri čemu se koncentracija izabere tako, da je veća nego što je koncentracija sirove sirćetne kiseline a manja nego ona, kod koje nastupa neograničeno mešanje.

10. Postupak za obradivanje vodenog ekstrakta dobivenog ekstrakcijom sirove sirćetne kiseline sa sredstvom za rastvaranje, koje se potpuno meša sa sirćetnom kiselinom prema zahtevu 1 i 3 do 9, naznačen time, što za obradivanje ternerne (odnosno kvaternerne) smeše tečnosti upotrebi vodeni rastvor sirćetne kiseline takve koncentracije i u takovim količinama, da se kao konačni proizvod dobije sirćetna kiselina maksimalne koncentracije, koja odgovara upotrebljenom sredstvu za rastvaranje, odnosno smeši sredstava za rastvaranje i razredena sirćetna kiselina, koja se može povratiti u sledeći proces.