



PATENTNI SPIS ŠT. 5563.

Dr. Hermann Suida, vseučilišni profesor, Mödling, Austrija.

Postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene očetne kisline.
 Prijava z dne 22. julija 1927. Velja od 1. januarja 1928

V patentu števil 3689 je zaščiten postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene, ki obstoja v tem, da se visokovreče, v vodi težko topko ali netopko homogeno, organsko koncentracijsko sredstvo vodi nasproti prekogretim param vode in očetne kisline, pri čemur koncentracijsko sredstvo pridržijo očetno kislino v koncentrirani obliki in se tako dobljena zmes na znani način razcepi potom destilacije v kislino prosto koncentracijsko sredstvo in koncentrirano očetno kislino.

V omenjenem patentu je kot primer navedena cela vrsta tip koncentracijskih sredstev, ki so prikladna za ta proces: predvsem so to substance, ki vsebujejo veliko kisika in kažejo dobro koncentracijsko sposobnost za očetno kislino. V kolikor so ta koncentracijska sredstva omejeno puhtna z vodnimi parami, nastanejo izgube topkosti vsled kaluže in te izgube treba preprečiti potom naknadnega zopetnega pridobivanja koncentracijskega sredstva iz kaluže, ki je prosta očetne kisline.

Našlo pa se je, da imajo estri cikličnih, posebno večvalentnih karbon-kislin, ki imajo zelo visoka vrelišča, veliko obstojnost in zelo malo puhtnost, izvrstno koncentracijsko sposobnost za razredčeno očetno kislino in da se ti estri predvsem lahko uporabljajo tam, kjer se koncentrirajo katrana proste pare očetne kisline, torej pri zopetni koncentraciji odpadne očetne kisline pridobivanju celuloznega acetata. Tako kažejo izborna koncentracijsko spo-

sobnost na pr. metil-,etil-,butilestri naftenskih kislin ali analogni estri orto-ftal-kisline. Pri tem so izgube, nastajajoče vsled puhtnosti z vodno paro, in topkost, posebno estrov z višjimi alkoholi tako male, da se ob njihovi uporabi doseže velika tehniška prednost. Tako na pr. vre orto-ftal-kisline-dibutylester pri 310—320° in topkost tega estra v vodi leži pod 1 promile.

Primer 1: V posodi izparimo na pr. 30%no razredčeno očetno kislino in pustimo pare dvigniti se skozi kolono, medtem ko pustimo na glavi kolone pritekati orto-ftal-kisline-dibutylester. Skozi kolono se na pr. istočasno pošlje 1 del razredčene očetne kisline v obliki par in koloni se dajeta 1—2 dela orto-ftal-kisline-dibutylestra v tekočem stanju. Pod vstopom par v kolono je slednja podaljšana in se s pomočjo kurilne priprave na znani način drži na skranjem spodnjem koncu na temperaturi 150°. Na glavi kolone odhaja vodna para, ki je praktično prosta očetne kisline in ki praktično ne vodi s seboj nič topila. Na spodnjem koncu kolone izteka skozi sifonsko cev zmes, obstoječa iz orto-ftal-kisline-dibutylestra, ki je obložen s 15—30% koncentrirane očetne kisline. Ta zmes se na znani način na primer potom destilacije v vakuum-aparatu, razstavi v koncentrirano očetno kislino in kislino prosti orto-ftal-kisline-dibutylester.

Primer 2: Delamo na isti način kakor po primeru 1 in kot koncentracijsko sredstvo pustimo vtekati orto-ftal-kisline-dihex-

silester. Razmerjemnožin razredčene očetne kisline in topila je isto kot pri primeru 1. V svrhu koncentracije se uporablja kolona, na katere najvišje dno doteka orto-ftal-kislina-diheksilester, medtem ko se spodaj dovajajo iz izparilnika pare razredčene očetne kisline in strujajo navzgor skozi kolono. V spodnjem delu kolone teče navzdol koncentracijsko sredstvo z očetno kislino in se ta zmes nabira na najnižjem mestu, in treba je skrbeti, da je kolona tu zagreta na temperaturo 150—155°. Zmes odteka in se na znani način raztavlja v orto-ftal-kislina-diheksilester in koncentrirano očetno kislino. V tem slučaju uha-jajo vodne pare, oproščene očetne kisline, ne da bi vzele s seboj le količkaj topila, ter se kondenzirajo in odvajajo. Dobljena očetna kislina je 95—99%-na, in to z ozirom na temperaturo, držano na skranjem spodnjem koncu kolone.

Primer 3: Uporablja se na analogen način etil-ester tehniških naftenskih kislin.

Uporablja se lahko še višjevredni estri ftal-kisline, na pr. ester heptil-alkohola, nevtralni estri glikola in glicerina i dr.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene očetne kisline iz prekogrete zmesi pare očetne kisline in vodne pare s pomočjo koncentracijskega sredstva, ki vre bistveno višje od očetne kisline in je v vodi težko topko, označen s tem, da se kod koncentracijska sredstva uporabljajo estri iz eno-ali večbazičnih cikličnih karbon-kislin z eno ali večvalentnimi alkoholi.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se uporabljajo estri ftal-kislina z različnimi alkoholi.

3. Postopek po zahtevih 1 in 2, označen s tem, da se uporablja orto-ftal-kislina-diheksil-ester.

V patentu št. 3089 iz zveščene postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene, ki obstaja v tem, da se visokovredna v vodi težko topka ali netopna homogena organska koncentracijska sredstva vodni nastavi prihodnjim param vodu in očetni kislino in očetno koncentracijsko sredstvo pridati očetno kislino v koncentrirani obliki in se tako dobijo zmesi na znani način raztopi potom destilacije v kislino priamo koncentracijsko sredstvo in koncentrirano očetno kislino. V omenjenem patentu je kot primer vedna cela vrsta tip koncentracijskih sredstev, ki so prikazane za ta proces: pred- vsen so to substance, ki vsebujejo veliko kislina in kažejo dobro koncentracijsko sposobnost za očetno kislino. V kolikor so in koncentracijska sredstva omejeno količina z vodnimi parami nastanejo iz- gube topkosti valed kaluže in te izgube treba preprečiti potom nekakšnega zapre- tega pridobivanja koncentracijskega sred- stva iz kaluže, ki je preostala očetne kisline. Našio pa se je, da imajo estri cikličnih, posebno večvalentnih karbon-kislin, ki imajo zelo visoka vrelišča, veliko opojnost in zelo malo toplotno izvirnost koncentracijsko sposobnost za razredčeno očetno kislino in da se ti estri prebavim lahko uporabljajo tam, kjer se koncentrirajo ka- rana proste pare očetne kisline, tati pri xoptni koncentraciji odpadne očetne ki- sine pridobivajo celoznažga acetata.