

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠТИTU

KLASA 23 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

IZDAN 15. januara 1923

# PATENTNI SPIS BR. 662.

**Seth Bliss Hunt, Mt. Kisco, Westchester, State New York, U. S. A.**

Poboljšani postupak i aparat za pretvaranje sekundarnog alkohola u keton.

Prijava od 30. aprila 1921.

Važi od 1. juna 1922.

Ovaj pronalazak odnosi se na stvaranje ketona oksidisanjem alkohola kao što su propil, butil, viši alkoholi i smeše nižih alkohola, naročito smeše ovih poslednjih, koje odgovaraju olefinima, koje sadrže razni hidrokarboni proizvodi kao praskavi gasovi, gazolin i njima slični. U saglasnosti s ovim pronalaskom niži alkoholi ili smeša takvih alkohola isparava se i meša (jedini) sa kiseonikom (oksigenom) ili kiseonikom koji sadrži gas pri čemu se on najradije razblaži sa jednim inertnim i rastvorenim gasom kao što su dioksid, nitrogen i njima slični. Količina kiseonika u smeši je ista i nešto manja od količine koja je potrebna da potpuno pretvoriti alkohol ili alkohole u ketone. Smeša gasova se podesi da reagira u prisustvu jednog katalizera pod uslovima temperature kakvom se proizvode ketoni. Kiseonik i rastvarajuća materija su u srazmeri sa alkoholom tako da vrše nadzor nad reakcijom i sprečavaju dalju oksidaciju ketona. Oksigen (kiseonik) i njegov rastvor mogu se upotrebiti u obliku gasa ili u jedinjenju sa nereaktivnim gasovima koji ostaju po obrazovanju i uklanjanju ketona po upustvu pronalaska ili sa kojim drugim inertnim gasom.

Toplota upotrebljenih reaktivnih proizvoda može se upotrebiti za grejanje smeša koje

nastupaju i za isparavanje alkohola koji su isti uvedeni u tečnom stanju. Kataliza upotrebljena u vezi sa ovim pronalaskom nestalna je po suštini, kao na pr. niži metal, bakar ili legura sa cinkom, naročito bakar kao mesing; ove metalne supstance jačaju katiličku snagu u ovom procesu. Našlo se da je legura bakra i cinka, čiji je stupanj topljenja viši nego onaj čistog cinka, korisna. Običan mesing sa oko 80 delova bakra i 20 delova cinka je pogodan katalizer. Ovo se može zgodno obraditi da da jednu široku i aktivnu površinu obloženu kiseonikom (oksidom) kao bakarni oksid. Aparat se može zgodno sagraditi od gvođja i gvozdenog materijala a naročito je dobar kada je na svima mestima, na kojima reaktivni gasovi dolaze u dodir, nedaleko od reaktivne temperature, obložen bakrom ili mesingom.

Reakcija se naročito stvara temperaturom koja održava aktivni deo katalizera u zatvoreno crvenoj ili višnjastojo boji, t. j. izmedju 475° i 800° C.

Da se nad temperaturom katalitičke reakcije vrši nadzor radi izbegavanja suvišne toplote i raspadanja i radi sprečavanja uništenja (kvara) upotrebljenom katalizera spremljena su dovoljna srestva u vezi sa ovim pronalaskom

da nadgledaju ili rasteruju topotu reakcije. Tako u slučaju bakra u zrnu ili prahu ili mesinga upotrebljenih kao katalizera u obliku jednoga sloja, jedna (spiralna) cev za rashladjivanje može sprovesti u katalizu i time kontrolisati njenu temperaturu. Želeti je da delovi katalizera budu prilično širokog obima za prostor na površini ili da se on poploča ili obloži gvožnjem ili drugom kojom metalnom mat rijom širem obima koja bi omogućila brzo sprovodjenje topote od aktivnog dela katalizera i time sprečio bi se njegov kvar ili uništenje. Drugi način hladjenja da se proizvesti puštajući paru sa reaktivnim gasovima ali tako, da količina koja se pusti bude srazmerno jaka da izvrši željeno hladjenje.

Upijanje (apsorbovanje) topote gasova koji odlaze smešani isto je tako od pomoći za dobijanje kontrole nad temperaturom.

Kad alkoholi sadrže sumpor ili sumporne sastojke ove treba ukloniti pre oksidacije pošto štetno utiču na upotrebljene katalizere.

Našlo se da prisustvo izvesne količine vode sa alkoholom nije za osudu. Sa alkoholom koji sadrži vode od prilike 25% došlo se do zadovoljavajućih ishoda, stoga nije potrebno dizati alkohol na visok stepen destilisanja pre oksidisanja sa sadašnjim procesom. Na primer, stalni stepen ključanja izopropilnog alkohola i vode koja sadrži u zapremini 90,4% alkohola može se neposredno upotrebiti.

Sledeći se primer daje radi upustva o načinu na koji se ovaj pronalazak može izvršiti bez ograničenja. Alkoholi dobijeni iz petroleumskih čirnih gasova koji se u glavnom sastoje iz izopropilnog alkohola bili su u suštini popravljeni destilacijom, ključanjem 94% materijala na temperaturi između 79° i 85° C. Alkohol je bio zagrejan od prilike 65° C. i vazduh je bio pušten kroz njega u onoj meri koja se traži da snabde kiseonik do nešto manje količine od one koju zahteva oksidisanje alkohola u ketonsko stanje.

Smeša je puštena kroz jednu katalitičku sobu ispunjenu malim bakarnim cevima tako uređenim, da ona (smeša) prelazi celom dužinom cevi i prostorom između njih. Katalizer je održan na temperaturi blizu 500° C. Isparenja koja proizilaze puštena su kroz kondenzator u kanal za primanje a nekondezovan deo očišćen je u nizu aparata za čišćenje koji sadrže vodu. Našlo se da sadržina kanala za primanje i aparata za čišćenje sadrži ketone, poglavito acetone do 75% od teorijske pretpostavke. Nepravilna parčad (komadje) gvožđa obložena bakrom, dala su takodje, dosta dobre rezultate.

Alkoholna smeša proizvedena iz olefina praskavih petroleumskih gasova upotrebljenih u

gore navedenom primeru sadrži poglavito izopropilni alkohol i pošto je proizveden na označeni način u prisustvu suviše količine vode za vreme hidroliza i ispravke destilacijom, praćen je vodom, obično manje nego 25% koju nije potrebno uklanjati pri vremenu oksidacije ovde opisane.

Primera radi i bez ograničavanja opisanog procesa, načrtom u dodatku dat je pogodan aparat za izvodjenja procesa u delo. U njemu:

Slika 1 je izgled najviše dijagramski pokazujući relativan položaj delova aparata.

Slika 2 je uvećan izgled poprečnom presku pokazujući pojedinosti sklopa katalitične reaktivne sobe.

S obzirom na pojedinosti nacrta jedna cev - 3 - pruža se na niže kao spiralni prsten; cevi - 3a - i - 3b - za uvodjenje vazduha i tome slično i alkohola u određenim količinama vode u cev - 3 -. Za prstenastu cev - 4 - najbolje je kada je zatvorena potpuno u jednom vertikalnom cilindričnom omotaču za grejanje - 5 -, koji je odelenje prethodnog grejanja za spiralnu cev - 4 -, kao što će biti opisano. Donji deo omotača - 5 - snabdeven je prete-nastom ivicom - 6 -. Ispod omotača za grejanje - 5 - je cilindrični deo koji gradi reaktivnu sobu. Ovaj poslednji deo pričvršćen je ispod omotača za grejanje i snabdeven zatvorom na donjem delu i gornjom ivicom - 8 - pod-šenom pada ivici - 6 - zupeima - 6a -, ili na kakav drugi način obezbedjen za ovo. Između ivica - 6 - i - 8 - je jedan obrub od azbesta (čišćala koji je otporan velikoj topotu) i sačinjava važnu funkciju u aparatu kao što će se videti. Donji deo spiralne cevi - 4 - produžen je kao prava cev - 4a - u reaktivnu sobu pretežući se skoro do donjeg kraja dela - 7 -. Cev - 10 - u sredini snabdevanja sa kratkom unutra proširenom ivicom - 11 - na donjem kraju razdvojena je od donjeg kraja dela - 7 - šipkom - 12 -. Tako je načinjen otvor - 13 - u cevi - 10 - između krajeva obruča - 11 - a prostor - 14 - načinjen je između šipke - 12 - i donjega kraja dela - 7 -. U prstenastom prostoru - 15 - između zidova cevi - 10 - i dela - 7 - nalazi se količina katalitičkog materijala - 16 - prestavljenog u vidu plitene mreže od žice obmotane oko cevi - 10 -. Materijal ove mreže najbolji je od bakra ili legure cinka i bakra.

Prilično čvrsta mreža sa 12—14 čvorova na svakih 2,53 cm. (jedan inč) i uvijena što čvršće treba da se upotrebni. Zidovi dela - 7 - treba radi snage i trajnosti da su sagradjeni od gvožđa ili čelika ali naročito je dobro da su ovičeni mesingom ili bakrom. Pravi donji deo cevi - 4a - podešen je da se produži u cev - 10 - ispunjavajući istu i o lanjući se

na obruč - 11 -. Omotač za zagrevanje - 5 - snabdeven je na svome gornjem delu kosom cevi za ventilaciju - 17 -, koja se kao prsten produžuje kroz jednu šupljinu kondenzatora - 18 - i završava u rezervoaru za primanje - 19 - koji je podešen da hvata kondenzovani materijal - 1 -. Niz aparata za čišćenje - 20 - vezani su rezervoarom za primanje i podešeni da spiraju gasove taloge. Jedna vazdušna pumpa, koja ovde nije pokazana, dodata je poslednjem aparatu za čišćenje i služi za pomaganje slobodnog toka materijala kroz aparat, koji je na taj način pušten u rad sa nešto smanjenim pritiskom. Jedan termometar obešen je kod - 5a - kao srestvo za označku temperature isparenja u vremenu kada ona napuštaju katalizator.

Vazduh i tome slično i alkohol mogu se mešati na svaki drugi zgodan način kao što je povlačenje vazduha kroz jedan zagrijan destilator - 1 - koji sadrži alkohol. Za zagrevanje alkohola udešena su srestva - 2 -.

Pri izvodjenju procesa alkohol niži (druge klase) se lako uvodi u cev - 3 - kao tečnost kroz uvodnu cev - 3a -, ili ako se želi kao isparenje iz destilatora - 1 -. Vazduh je pušten kroz cev - 3b - i potpuno se meša sa alkoholnim isparenjima za vreme dok prolazi kroz prsten - 4 - koji je zagrejan vrelom parom što se penje iz reaktivne sobe - 7 -. Najbolje je da su alkohol i gasna materija u vezi sa barometrima i sličnim napravama za pomoć u održavanju željene smeše. Uvodjenje alkohola u tečnom obliku olakšava merenje istoga. U početku operacije toplošta se primenjuje za nekoliko minuta buktinjom, na primer na unutrašnjost sobe - 7 - dok njeni zidovi ne pokazuju prilično crvenilo (usijano stanje). Alkohol i vazduh se puštaju u propisnoj meri i reakcija jednom otpočeta održava temperaturu sobe bez daljeg zagrevanja spolja. Reakcija se da nadgledati praćenjem temperature termometra - 5a - zagrejanog isparenjem koje izlazi iz reaktivne sobe i koji je tako podešen da označava temperaturu od prilične  $250^{\circ}$  C. za sve vreme pravilnog delanja procesa. Ako se želi katalitička soba može da se snabde jednim prozorom od liskuna ili koga drugog otpornog materijala, ili se jedan pirometar ili koja druga naprava može da upotrebni za označavanja temperature katalizera. Najviša toplošta izgleda da je u blizini mesta na kome gasovi prvo dolaze u dodir sa katalizerom, i sa katalizerom u obliku jednog kamena prilične dužine toplošta se raznosi povoljno i brzo uništenje katalizera izbegava.

Vrelo ketonsko isparenje prolazi naviše od materijala - 16 -, kroz sobu za grejanje - 5 - i tu služi da zagreje cev - 4 - i tako pretho-

dno zagreva vazduh i alkohol isparavajući ovaj poslednji pre dodira sa katalizerom. Vrelo isparenje onda prolazi kroz cev - 17 -, kondenzator - 18 - i tečni ketoni su uhvaćeni u rezervoaru - 19 -.

Kada reakcija dela normalno spoljašnjost katalitične sobe ne dostiže usijano stanje i temperatura je održana stvarno ispod temperature topljenja katalizera.

Ne može se uočiti da proces može da bude bez primene ma kakve topote spolja izuzev one za početak reakcije. Pronalazak isto tako je podešen za upotrebu vrelog isparenja (koje odlazi) za prethodno zagrevanje novog materijala koji dolazi i postupno veće temperature na taj način se susreću, dok hladan i nov materijal prilazi katalizatoru.

#### PATENTNI ZAHTEVI.

1. — Način pretvaranja nižih alkohola u ketone pri čemu se alkoholno isparenje pomešano sa kiseonikom i inertnim materijalom rastvorenim doveden u vezu sa vrelim katalizrom naznačen time što se temperatura reakcije održava na takvom stanju da se aktivni deo katalizera nalazi između zatvoreno-ervenog i višnjastog (rumenog) usijanog stanja.

2. — Proces izražen u zahtevu pod 1 naznačen time, što je temperatura aktivnog dela katalizera održavana između  $475^{\circ}$  i  $800^{\circ}$  C.

3. — Proces izražen u zahtevima pod 1 i 2, naznačen time, što je temperatura udešavana nadgledanjem (nadzorom nad) sadržine inertnog materijala u gasnoj smeši sa kojom se ima raditi.

4. — Proces izražen u zahtevima pod 1 ili 2, naznačen time, što površinu katalizera sačinjava materijal priličnog obima i dobar toplonoša.

5. — Proces izražen u zahtevu pod 4 naznačen time, što je bakar ili legura bakra upotrebljena za katalizer.

6. — Proces izražen u zahtevima pod 4 i 5 naznačen time, što se parčad gvođaja i njemu sličnog, prilično velikog po obimu i pokrivenog slojem bakra ili legure bakra upotrebljavaju kao katalizer.

7. — Proces izražen u zahtevima pod 5, 6 i 7 naznačen upotrebom mesinga za katalizer.

8. — Proces izložen u ma kom od prethodnih zahteva naznačen time, što alkoholi mogu sadržati vode do od prilične  $25\%$ .

9. — Proces izražen u ma kome od prethodnih zahteva naznačen time, što alkoholi odgovaraju ili su izvedeni iz olefina praskavog petroleuma i njemu sličnog i mogu da sadrže male količine zasićenih ili nezasićenih hidrokarbona.

10. — Proces izražen u zahtevima pod 1 ili 2 naznačen time, što se materijal koji ulazi prethodno zagreva vrelim proizvodima koji odlaze i time se ovi poslednji rashladjuju.

11. — Proces izražen u zahtevu pod 10 naznačen time, što je alkohol uveden u tečnom stanju a isparava se pod uticajem toplote proizvoda koji odlaze.

12. — Proces izražen u zahtevima pod 1 ili 2 naznačen time što se temperatura održava neposrednim hladjenjem kao što je prolazak ulazećih ili kojih drugih materijala preko kroz katalizer.

13. — Proces izražen u zahtevima pod 1 ili 2 naznačen time što se kiseonik nabavlja u količini koja je nužna za oksidaciju u ketonsko stanje ili u nešto manjim količinama.

14. — Proces izražen u zahtevu pod 1 ili 2 naznačen time što upotrebljeni gas u potpunosti je lišen kiseonika, ili delimično reoksidisan dodatkom kiseonika, vazduha ili drugog gasa, koji sadrži slobodan kiseonik u vezi sa cevastim delom što čini te takvu smešu cevasti deo uvodi u sobu za reakciju.

15. — Aparat za proizvodjenje ketona, po objašnjrenom procesu, izražen u ma kome od prethodnih zahteva u kome je materijal koji ulazi da se sa njime dela, naznačen time što je prethodno zagrejan vrelim proizvodima reakcije koja odlazi.

16. — Aparat izražen u zahtevu pod 15, naznačen time što je snabdeven srestvima za uvođenje alkohola u tečnom stanju.

17. — Aparat izražen u zahtevu pod 15, naznačen time što sadrži jednu sobu za grejanje, jednu sobu za reakciju u vezi sa prvom, jedan cevasti deo koji se pruža kroz sobu za zagrevanje i završava otvorom na kraju u sobu za reakciju i jednim katalitičnim materijalom u reakcionej sobi.

18. — Aparat izražen u zahtevu pod 17, naznačen time što reakciona soba stvara produženje sobe za grejanje.

19. — Aparat izražen u zahtevu pod 17, naznačen time što ima cevasti deo u sobi za grejanje u obliku spiralnog prstena.

20. — Aparat izražen u zahtevu pod 17, naznačen time što je u njemu katalizer namešten u reaktivnoj sobi izmedju otvora na kraju cevastog dela i sobe za grejanje.

21. — Aparat izražen u zahtevu pod 17, naznačen time što su u njemu srestva za snabdevanje smeše nižih alkohola sa gasom koji sadrži slobodan kiseonik u vezi sa cevastim delom što čini te takvu smešu cevasti deo uvodi u sobu za reakciju.

22. — Aparat izražen u zahtevu pod 21, naznačen time što je u njemu jedan za isparavanje alkohola u vezi sa cevastim delom za snabdevanje alkoholnog isparenja istoga.

23. — Aparat izražen u zahtevu pod 17, naznačen time što su u njemu reaktivna soba i soba za grejanje razdvojene prstenom ili sličnim tome sagradjenog od rđavih toploša kao što je azbest.

24. — Aparat izražen u ma kome zahtevu od 17—23 naznačen time što je u njemu katalizer udešen oko cevastog dela prema čemu se temperatura katalizera umerava gasnim materijalom koji ulazi.

25. — Aparat izražen u ma kome zahtevu od 17—24, naznačen time što je u njemu katalizer u obliku jednoga mrežastog spiralnog prstena.

26. — Aparat izražen u ma kome od zahteva 17—24 naznačen time što je katalizer metalan ili oksidani bakar ili legura koja sadrži bakar i cink.



