

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

RAZRED 10 (5)

IZDAN 1 JUNA 1940

## PATENTNI SPIS ŠT. 15656

Plankl Franz, Jug Wrba Gottlieb in Dr. Uzel Ernst, Wien, Nemčija.

Postopek in priprava za pridobivanje tekočih gonilnih snovi, kine povzročajo tolčenja, potom termičnega razkrajanja lesa, šote in drugih vegetalnih tvarin.

Prijava z dne 6. marca 1938.

Velja od 1. julija 1939.

Izum se nanaša na postopek in na pravo za pridobivanje tekočih gonilnih snovi, ki ne povzročajo tolčenja, za zgovalne silostroje, potom termičnega razkrajanja lesa, šote in drugih vegetalnih tvarin pri odsotnosti zraka in v prisotnosti baz ali bazično reagirajočih soli ter obstoja v tem, da se vrši razkrajalna reakcija v obliki pare ob temperaturnem reguliranju, ki je prilagodeno kakovosti destilacijske snovi in z uporabo spremenljivega nadpritiska do 20 at., kakor tudi v prisotnosti destilata, ki se ga je sprostilo od onega dela, ki se ne topi v vodi, in da se vrši nato priključeno na znan način razcepitve višjih destilacijskih produktov v nizkomolekularne razpadline, ki imajo karkter gonilne snovi. Pri tem se pazi zlasti na po možnosti popolno izkoriščanje ogljika, ki se nahaja v izhodni tvarini.

Med tem, ko so prvotno izvedli poogljjenitev lesa, šote in sl. edino le za pridobivanje gorilnega sredstva v komadih z visoko kurilno vrednostjo, je v teku zadnjih desetletij tako narastel pomen destilatov, ki izpadejo v teku termičnega razkrajanja, da se je vršila poogljjenitev lesa končno skoro le za pridobivanje istih.

Znano postopki suhe destilacije lesa, šote in sl. vodijo do mešanice primarnih razkrajalnih produktov, kakor so methanol, methylacetat, aceton, očetna kislina in katrani, ki se izločijo deloma vzporedno in ki se jih loči v posamezne frakcije šele v posebnem delovnem postopku. Zzrok temu je bil zlasti v nereguliranem temperatur-

nem vodenju termičnega razkrajanja. Ker predstavljajo pri vseh teh napravah methanol ali očetna kislina oziroma aceton že željeni končni produkt, pri čemer so baš te snovi v visoki meri neobčutljive napram temperaturi, medtem ko se ni oziralo na tvorjenje produktov, ki bi se jih lahko uporabljaljo kot gonilne snovi za motorje, se je posebno reguliranje temperature izkazalo večinoma kot nepotrebno.

Znani so sicer že postopki, da se izvede v enem delovnem postopku frakcionirano razkrajanje izhodnega materiala in da se s tem razdeli destilacijska snov v več delov, toda vse te metode služijo le za pridobivanje methanola ali očetne kisline oziroma acetona. V zvezi s tem so tudi predlagali, da se primeša apno ali druga bazična anorganična spojina tvarini, ki se naj razkrajajo, da se poveča potom termične razcepitve intermediarno tvorjenega acetata izkupiček acetona na stroške očetne kisline. Tudi ti postopki služijo samo za izdelovanje acetona in methanola, ne pa za pridobivanje gonilnih slovi.

Znano je nadalje, da se razklopi les ali druge vegetalne snovi potom kuhanja z močnimi bazami pod tlakom in da se dobi potom suhe destilacije dobljenega luga, eventuelno po dodatku nadaljnjih množin baz, mešanica aldehydov, katonov, olj itd. in zlasti gorečih plinov z visoko gorilno vrednostjo. Toda tudi ta postopek se ni dal uporabiti za pridobivanje tekočih gonilnih snovi. Pri vseh teh prej navedenih procesih izpadajoči katrani in olja imajo

samo popolnoma podrejen pomen in se jih večinoma sploh ni nadalje predelovalo, temveč se jih je uporabilo v surovem stanju za impregniranje ali pa kot gorivo. Poskusoma so pač tudi oplemenitili katran lesa oziroma šote potom čiščenja in destilacije v gonilno snov, toda tem napravam do sedaj ni pripisovati nikakega večjega pomena. Vzrok temu je lahko z ene strani razmeroma majhni izkupiček katrana dosedanjih naprav, z druge strani pa v visokih transportnih, čistilnih in destilacijskih strošnih katrana: ti vsebujejo že sami večinoma samo majhen del frakcij z nizkim vreliščem, ki se jih lahko uporablja kot gonilne snovi za motorje. Ker se pri tem ni mogoče izogniti učinkovanju kisika zraka na surovi katran, dobimo poleg tega še dalekosežne zasmolitve tako, da je pri destilaciji izkupiček frakcij z niskim vreliščem zelo majhen, pri čemer pa izpadejo znatne množine manjvrednih smolnatih preostankov.

Prej navedeni nedostatki se odpravijo s postopkom po izumu. Možno je sedaj dobiti v enem delovnem postopku z velikim izkupičkom in v frankcionirani obliki one končne produkte, ki so uporabljivi kot gonilne snovi. Po izumu se vodi termično razkranje lesa, šote in drugih vegetalnih snovi tako, da se pospeši tvorjenje vseh onih produktov, ki se jih že itak uporablja kot motorna gonilna snov ali ki se jih lahko pretvarja v taka sredstva potom termične razcepitve. Ti se rektificirajo na znan način v istem delovnem postopku z izkoriščanjem toplote, ki se nahaja v njih potom frankcioniranega ohlajanja. Dosedanji glavni produkti termičnega razkranja lesa in sl., kakor so očetna kislina, aceton, višji ketoni, lesna olja, katrani itd., se razkrajajo v teku procesa in nimajo kot končni produkti sploh nikakega pomena. Zlasti lesna olja in lesni katrani predstavljajo znaten vir snovi, ki prihajajo v poštev kot gonilna sredstva. Medtem ko so tvorili ti katrani do sedaj več ali manj nezaželjeni stranski produkt, se jih razcepi tu v istem delovnem postopku in neposredno po njihovem nastanku v majhne razpadline, ki imajo karakter ogljikovega vodila. Ta ukrep, ki se ga v petrolejski industriji pod označbo „krakati“ sicer že dolgo uporablja, se po izumu združi tu z pravico za destilacijo lesa. V razliko k postopkom, ki se uporabljajo večinoma v tehniki zemaljskih olj, se vrši tu krakanje ne v tekoči, temveč v plinski fazi, s čemer se poveča izkupiček onih nenasičenih ogljikovih vodikov, ki ne povzročajo tolčenja. Pokazalo se je nadalje, da dovoljuje uporaba povečanega delovnega pritiska, da se

premakne cepišče proti sredini molekulov, kar je zaželeno za tvorjenje produktov, ki se uporabljajo kot gonilna sredstva. Največjega pomena je pri tem točno reguliranje temperature. Zasmolitev nastalih nenasičenih spojin se prepreči pri tej temperaturi z odsotnostjo kisika (zraka) in s prisotnostjo vodika in CO in CO<sub>2</sub>. Vodik ne prihaja kot tak v reakcijski prostor, temveč se po izumu eventualno pregreva v teku postopka vodeni in v vodi topljivi del destilatov v obliki pare in se vpiha pod pritiskom v najnižjo žarečo plast oglja, na kateri se razkrajajo. V tem destilatu se nahajajo poleg vode za tiljenje vsi primarni v vodi lahko topljivi razkrajalni produkti, ki se pri tej temperaturi razkrajajo na katalitično učinkujočem lesnem oglju, pri čemer se tvori vodik in CO oziroma CO<sub>2</sub>. Zaradi endotermičnega postopka ( $2\text{H}_2\text{O} + \text{C} = \text{CO}_2 + 2\text{H}_2 - 39600 \text{ cal}$ ) imamo istočasno možnost, da lahko zelo točno reguliramo temperaturo celotnega razkrajalnega procesa. To je seveda za potek velikega števila deloma prekrivajočih se postopkov največjega pomena, ker naraščanje temperature za 20° lahko popolnoma spremeni potek krakanja.

Tvorjeni vroči plini, kakor H<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, kakor tudi vodna para složijo nadalje za to, da dajo že segretim param katrana oziroma olja temperaturo, ki je potrebna za krakanje, in da omogočajo notranjo toplotno izmenjavo s prostorom za krakanje, kar predstavlja pri krakanju v plinastem stanju posebno težavo. Z množino vpihane pare destilata se tedaj lahko regulira temperatura v coni krakanja v velikem obsegu in se zlasti lahko prepreči vsako pregrevanje, ki bi lahko povzročilo zaradi pirogenega razkranja tvorjenje plinastih produktov.

Prisutnost apna ali alkalično reagirajočih spojin preprečuje v veliki meri nastanek kislina, ki povzročajo zasmolitev, in zmanjša s tem nevarnost korozije za material, zlasti v prostoru za krakanje.

Destilacijski produkti, ki zapuščajo prostor za krakanje v obliki plina, prihajajo do čistilnika in se nato razkrajajo potom frakcioniranega ohlajanja v posamezne dele. Umestno služi pri tem toplota, ki se sprosti, za segrevanje oziroma za izparivanje dobljenega destilata tiljenja po izvršeni izločitvi onih sestavnih delov, ki se ne topijo v vodi. Ti se lahko ponovno rektificirajo v ločenem delovnem postopku. Postopek po izumu se izvrši kakor sledi:

Na znan način potom vročih kurilnih plinov segreta retorta iz specialnega jekla, ki je odporna proti kislina in vročini, je

opremljena s toplotno izolirajočim pokrovom, ki je iz istega materiala in ki je opremljen s tlakomerom in termometrom in katerega pokrova srednja odprtina je zaprta z dušilno zaklopko ali vzvratnim ventilom in ki se nadaljuje v istotako toplotno izolirajočem nastavku. Retorta je opremljena v svoji notranjosti z rešetko za sprejem lesa. Pod to rešetko leži krožnik, na katerega se naloži del apna, ki se ga uporablja kot destilacijski dodatek oziroma del drugih bazičnih spojin, medtem se ostali del apna oziroma baz razdeli med poedinimi legami lesa. Apno, ki se nahaja na krožniku, predstavlja takorekoč filter za kisle sestavne dele pare tiljenja, ki se vpiha skozi odprtino (šobo), ki leži pod krožnikom, s čemer se doseže, da se ti deli pred njihovim pirogenim razkrajanjem znajdejo z apnom oziroma alkalijem in se zvežejo. Z nato sledečim segrevanjem nastajajo iz njih aceton oziroma drugi ketoni, ki se pretvorijo v teku reakcije na katalitično učinkujočem oglju v višje razpadline. Ostal alkali oziroma apno, ki se nahaja med posameznimi legami lesa, pospešuje na znan način razkrajanje istega.

Na nastavek, ki tvori konec pokrova retorte, je priključen istotako popolnoma toplotno izoliran reakcijski prostor iz specialnega jekla z znotraj polirano površino. Na svojem spodnjem koncu se razširi do mehurjaste tvorbe, ki je opremljena z vzvratnim ventilom. Reakcijski prostor, v katerem se vrši krakanje, se lahko opremi v svrhu držanja točne temperature med 450 do 475° C razen tega še z dodatno segrevanje ali ohlajanje pripravo, nadalje s temperaturnimi merilniki. Na zakrivljeno oblikovani prostor za krakanje z mehurjem je priključen tlačni vod, ki vodi preko nadaljnjega reducirnega ventila do pralnih in kondenzacijskih priprav. Na ta način je možno, da držimo v retorti, v prostoru za krakanje in v pripravah za čiščenje oziroma ohlajanje različen in vsakokratnim razmeram prilagodeni nadpritisk. Plinasti produkti prihajajo po njihovem čiščenju v gazometer in se v obratu sami zakurijo. Deli, ki se pod temi pogoji lahko utekočinijo, se ločijo na znan način, na primer s frakcionirnim ohlajanjem po njihovih vreliščih. Destilat, ki v tem procesu izpade, se loči v del, ki se topi v vodi, in v del, ki se v vodi ne topi, od katerih prvi se vpiha v obliki pare v razkrajalni prostor v množini, ki ustreza željeni temperaturi. Izparivanje tega kondenzata se izvrši potom izkoriščavanja toplote, ki se sprosti v teku frakcioniranega ohlajanja po principu protitoka. Na ta način se doseže racionalno izkoriščanje toplote.

Čim je končano tvorjenje tekočih kondenzatov, se pusti ohladiti in se vsebina retorte izprazni. Pri pravilno vodeni temperaturi naj množina preostajajočega lesnega oglja nikakor ne presega 10 do 15% z ozirom na suh les, nasproti 30 do 35% pri dosedanjih procesih. Lesno oglje ima razmeroma veliko trdoto in visoko kurilno vrednost in se uporablja neposredno kot gonilno sredstvo za znane motorje na ogljeni prah. Smolnati preostanki, ki preostanejo v razmeroma majhni množini (2 do 2<sup>1/2</sup>%), kakor tudi plinasti stranski produkti, se lahko uporabljajo kot gorivo v istem procesu. S postopkom po izumu se posreči pridobivati lahke gonilne snovi prvovrstne kvalitete (102 oktan in še več) z visokim izkupičkom (po izhodnem produktu 15 do 18% z ozirom na suho lesno substanco). Te gonilne snovi se delijo že v istem delovnem postopku z izkoriščanjem toplotne množine, ki se nahaja v njih v obliki pare, v posamezne frakcije zadostne čistote, s čemer se prihranijo znatni stroški. Končni produkti se brez kislin in ne povzročajo tolčenja.

#### Patentne zahteve:

1. Postopek za pridobivanje tekočih gonilnih snovi, ki ne povzročajo tolčenja, za zgorevalne silostroje, potom termičnega razkrajanja lesa, šote in drugih vegetalnih snovi, ob izključitvi zraka (O<sub>2</sub>) in v prisotnosti baz ali bazično reagirajočih soli, označen s tem, da se vrši razkrajalna reakcija s temperaturnim reguliranjem, ki je prilagodeno kakovosti destilacijske tvarine, in z uporabo spremenljivega nadprikritiska do 20 at. kakor tudi v prisotnosti destilata v obliki pare, ki je osvobojen od dela, ki se ne topi v vodi ter da se po razkrajalni reakciji priključi na znani način razcepitev višjih destilacijskih produktov v nizkomolekularne razpadline, ki imajo karakter gonilne snovi.

2. Postopek po zahtevi 1, označen s tem, da se vodi v razkrajalni prostor temperaturno reguliranje termičnega razkrajanja izhodnega materiala zlasti v območju eksotermične reakcijske faze, kakor tudi sledečega krakanja, potom vpihavanja destilata, ki se ga je osvobodilo od v vodi netopljivih delov, umestno v obliki pare.

3. Postopek po zahtevah 1 in 2, označen s tem, da se vrši razkrajanje in krakanje v dveh pod različnim pritiskom stoječih prostorih, ki sta med seboj zvezana z reducirnim ventilom.

4. Priprava za izvršitev postopka po zahtevah 1 do 3, označena s tem, da je priključen na razkrajalno retorto toplotno

izolirajoči in eventualno zakrivljen in se mehurjasto razširjajoč reakcijski prostor, ki se ga drži eventualno na določeni temperaturi z dodatno segrevalno ali ohlajalno pripravo in v katerem se vrši krakanje višjih razkrajalnih produktov.

5. Priprava za izvršitev postopka po zahtevah 1 do 3, označena s tem, da se nahaja med tlemi retorte in med rešetko, ki služi za prevzem materiala, ki se naj

razkrajajo, krožnik, ki naj prevzame del alkaličnega destilacijskega dodatka.

6. Priprava za izvršitev postopka po zahtevah 1 do 3, označena s tem, da se nahaja med prostorom za razkrajanje in prostorom za krakanje z ene strani, kakor tudi med prostorom za krakanje in čistilno pripravo z druge strani reducirni ventili, ki se jih lahko naravnava.



