



PATENTNI SPIS BR. 5905

Société des Etablissements Barbet, Paris.

Postupak i aparat za direktnu obradu pirolignoznih voda i sirćeta radi dobijanja koncentrisane sirćetne kiseline na prvo mesto pomoću destilacije.

Prijava od 18. marta 1927.

Važi od 1. aprila 1928.

Dobijanje koncentrisane sirćetne kiseline iz slabih proizvoda, na pr. pirolignoznih kiselina ili pak sirćeta, u opšte je skup rad, jer ako se ove sirovine (tečnosti) destiliraju, onda se ne dobija u hladnjaku koncentrisanija sirćetna kiselina, već tečnost manjeg aciditeta, pošto je voda isparljivija od sirćetne kiseline, koja ključa na 117° . Dakle, ako se destilira sirovina-tečnost, koja sadrži 10% sirćetne kiseline i 90% vode, onda će trebati dovoljna količina toplota za isparavanje 10 kg. vode, koja troši 537 kal. za latentnu toplotu isparavanja, dok bi, ako bi kiselina bila isparljivija, trebalo ispariti samo 10 kg, t. j. samo 100 kal. latentne toplota isparavanja, dakle oko 48 puta manje.

Ova pojava ima još i tu nezgodu, što destilisana voda povlači srazmerno mnogo kiseline, te se mora pribeći prečišćavanju slično u fabricaciji alkohola, t. j. u običnoj destilaciji vodene pare, koja se penje u gornje delove stuba za rektifikaciju, posle čega su potrebna mnogobrojna ponovna isparavanja.

Potrošnja uglja bi bila ogromna, i zato se ne postupa na ovaj način. Obično se se prvo načini alkalni acetat, koji se do suhoće koncentriše i potom razlaže sumpornom ili hlorovodoničnom kiselinom.

Dakle potrebno bi bilo naći način, da sirćetna kiselina izlazi kao prvi proizvod i crpsti pirolignozne vode na isti način kako

se crpe (izvlače) vino iz svog alkohola t. j. prostom destilacijom.

Gornje nezgode uklanja ovaj postupak time, što se pirolignoznim vodama ili slabim kiselinama dodaje kakva postojana so, koja je potpuno rastvorljiva, na pr. kalcium-hlorid, koji se lako može ponovo dobiti, i koji podiže srednju temperaturu ključanja smeše, i kiselina se ispušta na prvom mestu iz stuba, isto kao kod alkohola.

Ovo je osnovna izmena osobina sirćetne kiseline, koja ovim postupkom postaje isparljiva od slane vode i prema tome može se odvajati stubom za destilaciju onog tipa, koji se upotrebljava za destilaciju alkohola.

Kako čista sirćetna kiselina ključa na 117° , to je razumljivo, da će ista ključati, ako joj se doda dovoljno kalcium-hlorida, na 120° , i otuda će sirćetna kiselina postati „proizvod iz glave stuba“ i pare će biti bogatije nego tečnost, od koje se polazi.

Da bi se utvrdila ova pojava nije potrebno mnogo daleko ići.

Sa 20 kg. CaCl_2 u 100 kg. pirolignozne tečnosti sa 10% sirćetne kiseline, destilat se penje na 11.52% mesto da je na 7.35% kiseline, ma da je temperatura ključanja 103.5° . Sa 40 kg. CaCl_2 bogatstvo pare penje se na 16.82% a za tačku ključanja 106° .

U praksi se ne želi upotreba anhidrita kalcium-hlorida, jer bi se onda isti morao rastvoriti neposredno u razblaženoj kiselini.

U stvari mere i rukovanja sa čvrstim materijama su uvek skuplja nego sa tečnostima, koje kruže pomoću crpki i cevi. Uz to, u slučaju ponovnog vraćanja soli za sledeće radove, potrebno je dobiti potpunu koncentraciju i time pržiti so do crvenog usijanja, da bi se potpuno dehidrisala.

Operacije će biti mnogo prostije, ako se deluje na koncentrisani rastvor CaCl_2 , koji će se dekoncentrisati za vreme destilacije, ali koji će se opet koncentrisati prosljijim sresivima i ekonomičnijim nego što je kalciniranje.

Rastvor CaCl_2 iz 200 kg. soli na 100 lit. vode ključa od prilike na 135°C . Ako se načini rastvor ove vrste, onda se on može mešati u proizvoljnoj srazmeri sa acefičnim razblaženim tečnostima, i zbog toga će destilacija dati znatno koncentrisaniju kiselinu.

Međutim na ovaj način može se dobiti samo destilat oko 30% kiseline, dok je važnije da se u prvom toku rada dobije veći procenat. Metodičnost destilacionog stuba sa organima za koncentrisanje, omogućava da se postigne gornja svrha.

Priloženi nacrt pokazuje kao primer aparat za izvođenje postupka.

Stub MP za destiliranje ima običan oblik. Iznad njega nalazi se sud A za grejanje iza koga je hladnjak B.

Rezervoar H, koji je na istoj visini sa sudovima A i B, sadrži koncentrisani rastvor CaCl_2 , koji se drži u vrelom stanju pomoću serpentine S za paru.

Napajanje sa pirolignoznim tečnostima grejanim u sudu A vrši se kod C, i tečnost ide sa zaravni na zaravan u sudu M.

Dno stuba greje se pomoću cilindra N, i zaostale iscrpljene tečnosti izlaze u sud O.

Koncentrisani rastvor CaCl_2 , regulisan slavinom R, ide na gornju zaravan stuba P, a ne na zaravan na koji ide sirće kod C.

Rad aparata jasan je iz gornjeg opisa. Pare proizvede na dnu stuba, grejačem N, polako se dižu i nailaze na svakoj zaravni na smešu iz pirolignoznih tečnosti i CaCl_2 koje su sve bogatije sa sirćetnom kiselinom, isto onako kao u stubu za destilaciju alkohola.

Čim ove pare pređu zaravni M za crpljenje, one dolaze na zaravni P za koncentrisanje, u koje dolaze prilivi iz suda A i hladnjaka B. Ovaj priliv, budući da je u dodiru sa vrlo koncentrisanim rastvorom CaCl_2 , trpi sam dehidrišuće dejstvo ove soli, tako da se lako prelazi procenat od 50% u destilatu, koji ide iz B u cevasti sud D.

Tečnost iscrpljena iz sirćetne kiseline u sud O jako je razblažena, da bi se kao takva mogla upotrebiti, znači treba je kon-

centrisati. Ova se koncentracija može vršiti po volji, na samoj vatri i prostim dejstvom, ili pak parom sa prostim dejstvom ili parom sa dvogubim ili trostrukim dejstvom pod atmosferskim pritiskom, ili u vakumu, pri čem se mogu upotrebiti svi poznati tipovi za koncentrisanje.

Tečnost sa početnom koncentracijom od oko 200 kg. CaCl_2 na 100 litara vode šalje se crpkom F u sud H i time počinje kruženje u aparatu.

Ukratko, trošak rada leži s jedne strane u kupovini destilacionog stuba, koji ne košta mnogo, jer nema velike dimenzije i s druge strane u potrošnji oko koncentracije, koja je tako isto mala, ako se radi sa višestrukim dejstvom.

Jasno je, da se u mesto koncentrisanih rastvora CaCl_2 , ista so može upotrebiti u anhidritnom stanju. Treba dati postaviti mehaničke mešaljke, u kojima se vrši direktno rastvaranje soli u razblaženim sirćetnim tečnostima.

U mesto CaCl_2 mogu se upotrebiti sve neutralne soli, koje se dobro rastvaraju.

Da bi se takva so mogla regenerisati više puta, važno je da pirolignozne tečnosti budu prethodno pažljivo oslobođene katrana.

Ovaj pronalazak je generični postupak, koji se može iskoristiti za odvajanje i za koncentrisanje svih proizvoda, kiselih ili ne, razblaženih u vodi i čija je tačka ključanja iznad 100°C . Svi se ovi proizvodi mogu dobiti u buduće običnim pravilima za alkoholnu destilaciju.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za obradu pirolignoznih tečnosti i sirćeta u cilju izvlačenja sirćetne kiseline, naznačen time, što se proizvodi manje isparljivi nego voda, koja ih rastvara, pomoću rastvora podesnih soli čine isparljivijim, tako da se povećava tačka ključanja smeše.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se kalcium-hlorid, zbog svog velikog dejstva na temperaturi ključanja, svoje jake rastvorljivosti i jeftinoće, upotrebljava kao so za povećanje tačke isparljivosti, pri čem se ova so može lako regenerisati koncentracijom sa prostim ili višestrukim dejstvom ili kalciniranjem.

3. Aparat za izvođenje postupka kod masnih kiselina i naročito kod sirćetnih, buternih rastvora i t. d. po zahtevu 1, naznačen time, što se sastoji u glavnom iz jednog stuba za prečišćavanje, koji u srednjem delu dobija tečnost, koja je prethodno zagrejana a pomenuti stub zagreva se na svom donjem delu pomoću jedne cevi i u

gornjem delu prima koncentrisan rastvor hlorida, koji dolazi iz jednog suda, gde se prethodno ponovo zagreva, a prilivi, koji se sastoje iz jednog dela kondenzovanih para koje izlaze iz stuba, ponovo se uvo-
de u gornji deo pomenutog stuba, dok

drugi deo kondenzovanog priliva izlazi kroz epruvetu. Izvučena tečnost, pomešana sa rastvorom hlorida, obrazujući razblažen ras-
tvor hlorida, izlazi iz donjeg dela stuba, koncentriše i šalje u sud za snabdevanje sa rastvorom hlorida.





