



PATENTNI SPIS BR. 5487.

Société Anonyme des Produits Chimiques de Clamecy, Clamecy Francuska.

Postupak za potpunu obradu sirovog pirolignoiznog destilata.

Prijava od 28. januara 1927.

Važi od 1. decembra 1927.

Traženo pravo prvenstva od 22. aprila 1926. (Francuska).

Tečni produkt, koji se dobiva iz destilacije drveta u zatvorenoj retorti, sastoji se iz četiri vrste osnovnih produkata, i to: neutralni produkti, kiseli produkti, gudronski produkti i voda. Ova tečnost naziva se pirolignoizni destilat.

Klasičan način obrade pirolignoiznog destilata osniva se na sledećem principu. Sok, više ili manje degudroniziran pomoću nekog kakvog bilo fizičkog sredstva, zagreva se u destilacionoj posudi, ili pak podvrgava se operaciji direktno pri izlasku iz degudronizatora; u svakom slučaju, pare se propuštaju kroz neku alkalinsku lužinu (krečno mleko, rastvor sodnog karbonata u vodi, i t. d.), gde se svi kiseli produkti (acetična kiselina i homologji) fiksiraju, a neutralni produkti (metil acetat, aceton, metil alkohol, razna ulja i t. d.) kondenzuju se u hladniku, postavljenome iza aparata sa alkalinskom lužinom.

Pri svršetku operacije dobivaju se dakle tri produkta:

1. flegme, u kojima se sadrži aceton, metil acetat, metil alkohol, alil alkohol, i primese (nečistoće) sa tačkom vrenja do 250°, koje su primese odvučena pod dejstvom vodene pare;

2. rastvor metil acetata u vodi;

3. zaostali gudron, više ili manje kiseo.

Flegme se koncentruju bezprekidno ili sa prekidima, tako da se dobivaju razne kakvoće metilena; uz to se primećuje, da je tim teže dobiti visoki procenat metilena, (u

odnosu prema totalnoj sadržini metilena), čim više primesa (nečistoća) je sadržano u flegmama.

Rastvor metil acetata ima da se koncentruje putem isparavanja, a ako se zahteva da acetat bude amorfan, ima da se još i prosuši na odgovarajućoj temperaturi. Dobiveni acetat dekompozira se konačno pomoću neke mineralne kiseline, ako se ima u vidu fabrikacija koncentrovane acetične kiseline.

Predmet pronalaska, o kome je ovde reč, jeste takav postupak, koji dozvoljava da se putem destilacije u prisustvu izvesnih raznih tela — separiraju:

1. flegme, koje sem metilena sadrže aceton i metil acetat;

2. pirogenske primese (nečistoće), koje naročito sadrže alil alkohol;

3. acetična kiselina i njeni homologji s visokom koncentracijom.

Ovaj postupak osniva se na poznatoj činjenici, da izvesna tela, kao na pr. benzol, hlorirani ili ne hlorirani ugljevodonici, izvesne lake frakcije petroleuma, ugljeni sulfid, — imaju svojstvo, da sa metil alkoholom daju binernu (dvočubnu) smesu sa najnižom tačkom vrenja. U slučaju primene benzola, n. pr., ova smesa kipi kod 58° i sadrži po težini odprilike 39% metil alkohola. S obzirom na ovu pojavu, pomenuti postupak može se ostvariti na sledeći način:

U destilacionoj posudi A (sравни jedinu sliku u priloženom crtežu) zagreva se sirovi

destilat drveta (pirolignoz); razvijene pare prolaze kroz cev 1 u kolonu B, gde se susreću sa benzolom, koji dolazi iz dekantera E, a kroz cev 2. Pare koje se razvijaju iz ovako dobivene binerne smese — upućuju se u hladnjak C kroz cev 3; kondenzirani destilat dolazi u malu kolonu D, gde se susreće s vodom, koja dolazi kroz cev 4. Heterogena smesa, koja proizlazi iz ove operacije, prelijeva (dekantuje) se u dekanteru E, a benzol se vraća u kolonu B kroz cev 2, dok se metilene flegme ispraznjavaju kroz cev 5. Dodavanje vode u cev 4 reguliše se na taj način, što flegme treba da pokazuju 10° do 20° po Gay Lussacu, a to je koncentracija, koja je tražena za uspešnu potonju separaciju metilena, metil acetata i acetona. Konstatovano je da su ove flegme osetno neutralizirane.

Kad se istera sav metil alkohol, primećuje se, da temperatura pare dostiže 69°, u tome momentu benzol prelazi u hidrodestilaciju. Prvi deo operacije, t. j. dezalkoholizacija, time je završena.

Kroz sistem raznih vana i cevi 6, pare se sprovadjaju iz posude A u kolonu F, a zatim one dolaze u hladnjak G, kroz cev 7; najposle, kondenzovani tako destilat prelazi u malu kolonu H, i nakuplja se u dekanteru I. Pri tome konstatuje se, da, kad pare imaju temperaturu od 98°—100°, prelazi skoro samo voda, više ili manje kisela, dok međutim veći deo pirogenskih primesa, koje se po najlakše isparavaju i odvlače, udaljen je u hidrodestilaciji između 70° i 97°. U dekanteru I nalazi se produkt, sastavljen iz dva sloja: jedan sloj lakši, uljani, i drugi sloj vodeni, sa slabom sadržinom kiseline acetične t. j. u odnosu prema njenoj sadržini u samom destilatu pirolignoznom, koji je u obradi. Sem toga, ako ispiramo primese (uljani sloj) pomoću vode, koja dolazi kroz cev 8, onda izvesni sastavni delovi prelaze u rastvor, kao na pr. naročito alil alkohol.

Ovo je pojava, na kojoj se osniva drugi i treći deo operacije, jer je sasvim razumljivo, ako pirogenske primese (nečistoće) odvlače sobom vodu, a da ne odvlače i znatnije količine kiseline, onda će biti dovoljno da se primese stalno dovode u kolonu F, kroz cev 9, koja dolazi iz dekantera I, pa da se dobije postojano oduzimanje vode, koja će se udaljavati kroz cev 10, i da se u isto vreme na dnu kolone povraća koncentrovanja kiseline.

Putem obradivanja ovih primesa (nečistoća) u maloj koloni H, pomoću vode, koja dolazi kroz cev 8, dobivaju se flegme, koje možemo nazvati alil flegme, a iz kojih je moguće izvaditi alil alkohol, putem podesnog postupka.

U toku ove hidrodestilacije, ostale manje isparljive i manje odvlačljive primese, mešaju se sa onim prvim, pomoću dekantacije u dekanteru I.

Da bi se dobivena acetična kiselina lišila gudrona, dovoljno je da pustimo koncentriranu kiselinu ponovo u neki destilator J, kroz cev 11. Iz ovog destilatora može se zatim vaditi kiselina takva kakva bude, ili se pak ona može rektificirati na taj način, što će se pare puštati u neku prikladnu kolonu, da bi se dobila tražena kakvoća.

Kad se gudron na taj način iscrpe, vadi se on iz retorte.

No operacija ova može se takodje udesiti tako da bude neprekidna, a to se da postići na taj način, što će se kolone B i F, kao što je pokazano na slici, dovesti u vezu sa nekom analognom grupom destilacionih sudova, koji mogu raditi naizmenično, isto kao i sudovi A.

Putem primenjivanja raznih poznatih postupaka, kalorije, koje se dobivaju u toku pomenutih operacija, mogu biti iskorišćene u najvećoj mogućoj meri.

Patentni zahtevi:

1. Postupak kod potpune obrade pirolignoznog destilata, a za direktno odvajanje jednostavnom destilacijom osnovnih sastojaka — bilo uzastopce, bilo istovremeno, prema tome dali je destilacija neprekidna ili je sa prekidanjem, naznačen time, što se upotrebljuju takva tela, kao što je na pr. benzol, izvesni ugljovodoni — hlorirani ili nehlrorirani, izvesne lakše frakcije petroleuma, ugljen sulfid i t. d. koja sa metilnim alkoholom daju binernu smešu sa najnižom temperaturom ključanja, čime je data mogućnost da se izvade flegme, koje sem metilena sadrže još samo aceton i metil acetat bez primesa (nečistoća).

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se iskorišćava osobina, koje imaju pirogenske primese (nečistoće) naime što u hidrodestilaciji idu zajedno sa alil alkoholom, koji se može vaditi pomoću vode.

3. Postupak po zahtevima 1 i 2, naznačen time, što iskorišćava osobinu, koju imaju te iste primese, naime što one odvlače sobom vodu, koja praktično uzevši, ne sadrži kiselinu, te se na taj način može dobiti koncentracija acetične kiseline, sadržane u pirolignoznom destilatu.

4. Postupak po zahtevima 1—3 gde se pirolignozni destilat obrađuje u prisustvu jednoga od gore pobrojanih tela, naznačen time, što se pare, koje se razvijaju iz zagrevanog pirolignoznog destilata, dovode u dodir sa benzolom ili kojim drugim sličnim telom, usled čega obrazuju neku binernu

smešu, koja se ima hladiti, kondensovani destilat dovodi zatim u dodir s vodom, a heterogena smeša, dobivena putem te operacije, dekantira posle čega se benzol (ili drugo koje tome slično telo) vraća u svoj prvobitni stub, a metilične flegme, koje osim metila, sadrže aceton i metil ecetat — odvlače napolje pri čem su ove flegme primetno neutralizirane i pokazuju 10^0 do 20^0 po Gay Lussacu, tako da ako je alkohol potpuno isteran, temperatura dostiže oko 60^0 i u tome momentu benzol prelazi u hidrodestilaciju time je dezalkoholizacija izvršena. Zatim produžujući destilaciju pro-

laze pirogenske primese (nečistoće) koje se obradjuju pomoću vode i dobivaju alilične flegme, iz kojih se može izvući alil alkohol, potom se pomoću prikladne operacije pirogenske primese oslobadjaju alil alkohola, vraćaju stalno u aparat za destilaciju, koji sadrži pare acetične kiseline, i povlače sobom vodu dok se acetična kiselina vraća u poseban destilator iz koga se ona može izvaditi takva kakva jeste, ili se pak može rektificirati na taj način, što se njene pare upućuju u prikladnu kolonu, tako da se dobije traženi kvalitet, dok se gudron, čim se iscrpi sabira u retorte i vadi potom napolje.





