

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (6).

Izdan 1 maja 1935.

PATENTNI SPIS BR. 11563

Akciová společnost dřívě Škodovy závody v Plzni, Praha
i Ing. Gregor Eugen, Praha, Č S. R.

Postupak za prečiščavanje mešavina tečnosti, koje sadrže lako isparljive primese,
naročito alkoholnih tečnosti.

Prijava od 7 marta 1934.

Važi od 1 septembra 1934.

Traženo pravo prvenstva od 8 marta 1933 (Č S. R.).

Kod prečiščavanja mešavina tečnosti, koje sadrže lako isparljive materije, a naročito kod alkoholnih tečnosti ponajviše su se upotrebljavali stubovi sa odvajanje u kojima se vršilo prethodno prečiščavanje kod kojih su se iz mešavine tečnosti izdvajali prvo destilacijom lako isparljive materije u obliku pare, pa su potom u pojačavalačkom stubu zgušnjavane i obogaćene u frakciji, koja predstavlja proizvod prvog stupnja destilacije i sa njom se odvajaju.

Poznato je, da se destilacijom mogu dobiti u obliku pare sve isparljive materije, koje su lakše od glavne materije mešavine. Udeo lako isparljivih materija u parama dobijenim destilacijom ponajviše nije zadovoljavajući, usled čega se pare pojačavaju t. j. pare iz destilacionog stuba vode se u pojačavalački stub, u kome penjući se od etaže do etaže nailaze na odliv obrazovan u kondenzatoru. Na taj se način vrši od dna do dna (ond. od etaže do etaže) obogaćavanje lako isparljivih materija u parama. Ovo se obogaćavanje najbrže povećava na donjim etažama pojačavalačkog stuba, ali veoma malo na gornjim etažama istog stuba. U celokupnosti je to obogaćavanje lako isparljivih materija veoma retko zadovoljavajuće upojačavalačkom stubu tako, da se srazmerno velike količine obradivane tečnosti moraju izdvajati kao prvi proizvod destilacije iz mešavine, čime se

umanjuje iskoriščavanje najdragocenije materije odn. glavne materije mešavine.

Kao primer ćemo navesti prečiščavanje špiritusa u rektifikacionim aparatima za neprekidan rad. Ovi su aparati snabdeveni sa stubom za prethodno prečiščavanje, koji se sastoji od destilacionog stuba i pojačavalačkog stuba, smeštenog iznad pomenutog destilacionog stuba. Sirovi špiritus, koji treba da se prečisti posle predhodnog zagrevanja i uz istovremeni dovod vrele vode za razblaživanje vodi se na najvišu etažu destilacionog stuba i teče od etaže do etaže i nailazi na struju pare, koja se obrazuje od dovodjenja vodene pare ispod najdonje etaže, i koja joj oduzima lako isparljive materije tako da se udeo ovih u obradivanom špiritusu uvek prema broju etaža, upotrebjenoj količini vodene pare i isparljivosti pojedinih materija smanjuje na nekoliko stotih delova, pa čak šta više i na nekoliko hiljaditih delova prvobitne sadržine. Od najviše etaže destilacionog stuba penjuće se pare stupaju u pojačavalački stub, koji je snabdeven uređajem za obrazovanje povratnog odliva i kondenzacionim rashladjivačem. Od etaže do etaže penjuće se pare se najzad gotovo sasvim kondenzuju u uređaju za obrazovanje povratnog odliva i tada obrazuje povratni odliv pojačavalačkog stuba. Samo mali deo para iz uređaja za obrazovanje povratnog odliva se vodi u kondenzacioni rashladjivač, gde

se kondenzuje i ohladi. To je takozvani prvi proizvod destilacije. Najveći deo iz destilacionog stuba penjućih se para vodi se dakle kao povratni odliv natrag u taj stub i to sa znatnim udelom lako isparljivih materija. Računski se može dokazati a poznato je i iz prakse, da je udeo jedne lako isparljive primese špiritusa 8 puta tako veliki kod prvog stupnja destilacije dobivenog proizvoda, no kod sirovog špiritusa tako, da 1/8 sirovog špiritusa prelazi u prvu frakciju destilacije čime se iskorišćavanje prečišćenog alkohola veoma smanjuje. Dakle veoma lako izlučivanje produkata prve frakcije destilacionim stubom sasvim se nedovoljno iskorišćava pojačavalačkim stubom.

Ovim se pronalaskom uklanja ovaj nedostatak, pošto povratni odliv pojačavalačkog stuba ne vodimo u destilacioni stub, nego u sporedan stub, u kome iz povratnog odliva uz povoljnije okolnosti nego u destilacionom stubu stuba za prethodno prečišćavanje iskuvavamo lako isparljive materije. U tome se cilju u sporedni stub dodaje vrele vode.

Pare iz sporednog stuba stupaju slično parama iz destilacionog stuba u pojačavalački stub. Potrošnja toplote destilacionog stuba i sporednog stuba zajedno je gotovo ista sa potrošnjom, koju je do sada imao destilacioni stub, dok toplotni odnosi ostaju gotovo isti u pojačavalačkom stubu I pored toga je izlučivanje lako isparljivih materija i njihovo obogaćenje u prvoj frakciji bolje, odn. veće tako, da je količina prve frakcije znatno manja te je iskorišćenje glavnog proizvoda veće nego kod starog postupka. Razlog za to leži u tome, što je prečišćavajući faktor u oba stuba veći t. j. mnogo povoljniji za iskuvavanje lako isparljivih materija nego kod jednostavnih stubova za prethodno prečišćavanje.

Poznato je, da su u alkoholnim tečnostima, koje su lakše od etilalkohola, isparljivi alkoholi u toliko isparljiviji u koliko su više alkoholne tečnosti razredjene vodom t. j. u koliko je udeo etilalkohola manji a vode veći. Sorel i drugi su srazmeru K udela određenih nečistoća alkoholnih tečnosti u parama i u tečnostima, iz kojih su pare izašle odredili ogledima za razne sastave alkoholnih tečnosti i našli da K raste sa razredjenjem alkoholne tečnosti. Prema tome će se u destilacionom stubu lako isparljive materije u toliko lakše izlučiti u koliko je više razredjena alkoholna tečnost. Pri tome nije samo srazmera K sama od uticaja, nego i srazmera $\frac{V}{P}$ količina para V i tečnosti P, koje se penju od etaža stuba odn. teku na dole. Sorel je dokazao

da je proizvod $K \frac{V}{P}$ merodavan za iskuvavanje lako isparljivih materija. U koliko je više razredjena alkoholna tečnost, u toliko je veći povratni odliv P za određenu alkoholnu mešavinu i u toliko je manja srazmera $\frac{V}{P}$, kada se količina pare V povećava pojačanim vrenjem odn. dovodom toplote. Kod poznatih stubova za prethodno prečišćavanje proizvod $K \frac{V}{P}$ dostiže najviše 25 vol. % sadržine alkohola obradivane alkoholne tečnosti, dakle najvišu vrednost, pretpostavljajući ekonomičnu potrošnju toplote.

U stubovima za prethodno prečišćavanje sadržina alkohola je na svima etažama destilacionog stuba gotovo ista, tako, da su na svima etažama i srazmere K i $\frac{V}{P}$ i njih

ov proizvod $K \frac{V}{P} = H$ jednaki. Iskuvavanje lako isparljivih materija je dalje u toliko veće, u koliko destilacioni stub ima više etaža. Po Sorelu može se srazmera udela s_1 i s_{n-1} nečistoće na najgornjoj (s_1) i ispod najdonje (s_{n+1}) etaže izračunati.

Kod uobičajenih stubova za prethodno prečišćavanje srazmera $\frac{V}{P}$ je mala, jer se kod iste potrošnje toplote dakle ravne V, povećava povratni odliv destilacionog stuba povratnim odlivom pojačavalačkog stuba tako, da će P biti veliko.

Dalje kod istog razredjivanja povratnim odlivom pojačavalačkog stuba sadržina alkohola se povećava na etažama destilacionog stuba čime se K smanjuje. Tako je na primer kod razredjenja sirovog špiritusa na 40 vol. % alkoholne sadržine na pomenutim etažama 45 vol. %, čime se K prema Sorelu kod etilesterasirćetne kiseline smanjuje od 8.6 na 7.1 a kod sirćetne kiselinemetilestera od 10.5 na 9.0.

Kod novog postupka, koji obrazuje predmet ovog pronalaska P je manje, dakle uz istu potrošnju toplote $\frac{V}{P}$ veće je i stepen čistoće na etažama iznosi toliko, koliki je bio stepen razredjenog špiritusa. Prema tome je H veće.

Tako je n. pr. za sirćetnu kiselinu etilester kod potrošnje pare stuba za prethodno prečišćavanje od 35 kg za svakih 100 l alkohola kod uobičajene razredjenosti na 40 vol. % kod staroga postupka $\frac{V}{P} = 0.2$ a $K = 7.1$, prema tome je dakle $H = 1.42$, dok je kod novog postupka

$$\frac{V}{P} = 0.2425, K = 8.6 \text{ i } H = 2.09.$$

Kod 15 etaža je kod starog postupka izračunato $\frac{S_1}{S_n + 1} = 557$, a kod novog postupka $\frac{S_1}{S_n + 1} = 107.600$, dakle 193 puta veće t. j. iskuvavanje sirćetne kiseline — etilestera bilo bi kod novog postupka i kod iste potrošnje pare gotovo 200 puta bolje nego kod starog postupka.

Dakle može se istina zadovoljiti sa manjim poboljšanjem, da bi mogli da štedimo na toploti. Kod potrošnje pare destilacionog stuba kod novog postupka od 20 kg na 100 l alkohola je $\frac{V}{P} = 0.178$ a H je za isti materijal $0.178 \times 8.6 = 1.53$. Srazmera

$\frac{S_1}{S_n - 1} = 1505$ još uvek je gotovo tri puta veća no kod stranog postupka. Uštedjena para upotrebljava se za sporedni stub, koja ima da prečišćava povratni odliv pojačavalačkog stuba. Ovaj povratni odliv se toliko jako razblažava toplom vodom, koja se vodi na najgornju etažu sporednog stuba, da se postiže ekonomsko izlučivanje lako ispravljivih materija. Povratni odliv pojačavalačkog stuba i vode kojom se vrši razblažavanje obrazovan u sporednom stubu manji je od povratnog odliva u destilacionom stubu novoga postupka, te stoga može da bude manja potrošnja toplote. Kao primer neka je navedeno, da na svakih 100 l alkohola i kod razblaženja na 40 vol. % povratni odliv iznosi:

1) u destilacionom stubu po starom postupku 285 kg.

2) u destilacionom stubu kod novog postupka 238 kg pri čemu se pretpostavlja potrošnja potrošnja pare od 35 kg odn. 26 kg.

3) u sporednom stubu kod razblaženja na 22.3 vol. % alkohola i 13 kg. potrošnje pare na svakih 100 l alkohola samo 188.5 kg pri čemu prva frakcija oduzima samo 5%, dok se u slučaju po 1) računa sa 12.5% na prvu frakciju.

U slučaju 3) — sporedni stub — iznosi $\frac{V}{P} = 0.1033, K = 15.5$ prema Sorelu za sirćetnu kiselinu — etilester, $H = 1.71$ i

$\frac{S_1}{S_n + 1} = 7090$. Ova srazmera odn. iskuvavanje u sporednom stupu $7090 : 557 = 12.7$ puta je veće nego kod starog postupka i $7090 : 1505 = 4.7$ puta je veće nego u destilacionom stubu novoga postupka.

Skupljanje lako isparljive materije u pojačavalačkom stubu može prema tome da se umnogostruči u odnosu na ranije, da bi se

odvojilo manje prve frakcije i da bi se mogle da postigne veće iskorišćenje prečišćavanja glavnog proizvoda, pri čemu se čistoća poslednjega još i povećava.

Poznato je da se kod neprekidno rađućih aparata za rektificiranje špiritusa vrši skupljanje zagorelih ulja na onim etažama glavnoga stuba, gde sadržina alkohola u tečnosti iznosi oko 45 vol. %. Glavni stub se sastoji ponajviše od stuba za uklanjanje alkohola, u kome se u stubu za prethodno prečišćavanje prethodno prečišćena alkoholna tečnost oslobadja alkohola, i od pojačavalačkog stuba, koji se nalazi iznad pomenutog stuba. Korisno je da se dopusti skupljanje zagorelih ulja u stubu za uklanjanje alkohola, usled čega će tečnost na najgornjoj etaži toga stuba morati da sadrži više od 45 vol. % alkohola. Sadržina alkohola na toj etaži uvek je veća od sadržine pritičuće prethodno prečišćene alkoholne tečnosti i to ako 42.6 kod 25, 47.8 kod 30, 52.5 kod 35, 57.6 kod 40 vol. % poslednje itd. Stoga se preporučuje da se sirovi špirituz razblaži samo toliko (na oko 35 — 40 vol. %), da prethodno prečišćena alkoholna tečnost sa oko 30 do 35 vol. % pritiče na najgornju etažu stuba za uklanjanje alkohola. Pošto u sporednom stubu čišćena tečnost ima manju sadržinu alkohola, to se kod novog postupka ista iz toga stuba ne vodi na najgornju etažu stuba za uklanjanje alkohola, nego na jednu niže etažu. Na najgornju etažu stuba za uklanjanje alkohola dospeva samo glavna struja alkoholne tečnosti, koja je prethodno prečišćavana u destilacionom stubu prema novom postupku.

Radi izvodjenja novoga postupka služi uređaj, koji je primera radi pretstavljen na priloženom nacrtu. Sledeći su delovi isti kao i kod dosadanjeg postupka : 1 je destilacioni stub, a 2 je pojačavalački stub stuba za prethodno prečišćavanje, 3 je uređaj za obrazovanje povratnog odliva, 4 je kondenzacioni rashladivač za prvu frakciju (prvi proizvod destilacije) 5 je ispust za prvu frakciju, 6 je stub za stub za uklanjanje alkohola, 7 je glavni pojačavalački stub, 8 je uređaj za obrazovanje povratnog odliva i 9 je kondenzacioni rashladivač, koji pripada stubu 7. Nov je sporedni stub 10. Sa stubom za prethodno prečišćavanje 1 — 2 radilo se do sada u principu ovako : Kod mesta doveđenog sa 11 su sprovodnicima 12 i 13 dovedjene i slavinama 14 i 15 regulisane količine tečnosti, koje treba prečišćavati kao i topla voda, koja se ima dodati, upuštale u stub 1. Pomoću grejne zmijaste cevi 16 prenosila se vodenom parom dovedjena toplota, koju je para razvijala, i koja je do etaže

u stubu 1 uzimala lako isparljive materije od tečnosti, koja je curila na dole, da bi ih u cilju pojačavanja preveli u stub 2. Pare su se penjale iz stuba 1 u stub 2 i dospevale su kroz cev 17 u kondenzator. Ovde se kondenzovao jedan deo para i na cev 18 vodio natrag na najgornju etažu stuba 2, da bi obrazovao povratni odliv toga stuba. Ostatak para išao je iz uređaja za obrazovanje povratnog odliva 3 kroz cev 19 u kodenzacioni rashladjivač. Tako je dobivana prva frakcija, koja je dovoljna iz uređaja 4 za obrazovanje povratnog odliva kroz cev 20 ka ispustu. Pošto je 5 snabdneven regulacionom slavinom, to se količina prve frakcije može udešavati te suvišak odilazi kroz sprovednik 21 u stub 2, gde on povećava prvu frakciju. Taj povratni odliv je išao od dna do dna i dospevao je najzad u stub 1, čime se povratni odliv u tome stubu povećavao i povišavaonjegovu sadržinu alkohola, jedno i drugo na štetu iskuvavanja proizvoda prve frakcije. U stubu 1 prethodno prečišćavana alkoholna tečnost dospevala je kroz kesastu cev 22 na najvišu etažu stuba 6 za uklanjanje alkohola iz slabe tečnosti.

Novim postupkom rad se razlikuje u tome od prethodno opisanoga, što istina pare iz stuba 1 mogu nesmetano da predju u stub 2, ali tome na suprot ipak povratni se odliv sa najdonje etaže stuba 2 ne odvodi na najgornju etažu stuba 1, nego kroz cev 23 na najvišu etažu novoga sporednoga stuba 10. Ovaj se stub greje pomoću zmi-jaste cevi 24 parom, čime se obrazuju pare, koje penjući se od etaže do etaže u stubu 10 nailaze na povratni odliv stuba i oduzimaja mu produkte prve frakcije. One donose te proizvode u obliku pare kroz cev 25 u stub 2. U stubu 10 prečišćavana tečnost dospeva kroz cev 26 otprilike u sredinu stuba za uklanjanje alkohola iz slabe tečnosti.

Radi lakšeg iskuvavanja produkata prve frakcije u stubu 10 dodaje se vrela voda na sprovednik 27 i slavinu 28 povratnom odlivu, koji dolazi od stuba 2. Na slavine 29 i cev 30 mogu se pare bogate zagorelim uljima ili tečnosti bogate pomenutim uljima istakati iz stuba 6 za uklanjanje alkohola. Mora se još naglasiti, da je najdonja etaža pojačavalačkog stuba 2 izra-

djena tako, da istina kroz nju mogu da prolaze pare, ali da povratni odliv sa te etaže ne može da dospe u stub 1, nego u stub 10.

Novi postupak može se vršiti i tako, da se od povratnog odliva stuba 2 vraća natrag samo jedan deo u sporedni stub 10 a ostatak u destilacioni stub 1. U tome cilju se sprovednik 23 snabdeva sa regulacionim pipcem odn. slavinom 31 i flašom 32, iz koje suvišak povratnog odliva dospeva kroz cev 33 na najvišu etažu stuba 1.

Kod drugih kao i alkoholnih tečnosti može se u sporednom stubu 10 u cilju potpomaganja prečišćavanja dodavati uvek prema vrsti tučnosti i druga kakva tečnost, a ne samo voda.

U sporednom stubu 10 prethodno prečišćena tečnost ne mora se neophodno voditi na drugu koju osim na najgornju etažu stuba 6 za uklanjanje alkohola, ali se ona može u slučaju potrebe odvesti i na tu etažu.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za prečišćavanje mešavina tečnosti, koje sadrže lako isparljive primese, naročito alkoholnih tečnosti, naznačen time, što se povratni odliv pojačavalačkog stuba (2) stuba za prethodno prečišćavanje delimično ili potpuno vodi u naročiti sporedni stub (10) i u njemu se prečišćava dok se u destilacionom stubu (1) stuba za prethodno prečišćavanje prečišćava sama ili sa jednim delom povratnog odliva pojačavalačkog stuba (2) tečnost, koju treba prečišćavati.

2. Postupak prema zahtevu 1, naznačen time, što se u cilju boljeg prečišćavanja tečnosti, koju treba prečišćavati dodaje u sporednom stubu (10) druga jedna tečnost n. pr. voda za prečišćavanja alkoholnih tečnosti.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što se u sporednom stubu prečišćavana tečnost vodi ili na najgornju etažu stuba (6) za uklanjanje alkohola glavnoga stuba ili na drugu koju etažu toga poslednje pomenutoga stuba, na kojoj sastav tečnosti odgovara sastavu pomenute tečnosti.



