

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 6 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 15 februara 1933.

PATENTNI SPIS BR. 9666

**Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vormals Roessler,
Frankfurt a. M., Nemačka.**

Postupak za prečišćavanje i istovremeno oduzimanje vode od špiritusa direktno iz šire u kontinualnom načinu rada.

Prijava od 3 decembra 1931.

Važi od 1 maja 1932.

Traženo pravo prvenstva od 2 oktobra 1931 (Nemačka).

U patentu br. P 1248/31 opisan je jedan postupak kojim je moguće da se iz sirovog špiritusa uklone primese sa visokom tačkom ključanja naročito patoka time, što se ovaj sirovi spiritus tretira podesnim sredstvima za oduzimanje vode, naročito solima i rastvorima soli, naročito rastvorima alkalnih i zemno alkalnih soli masnih kiselina, tako da se sadržina alkohola u parnoj fazi poveća toliko, da alkohol oddestiluje siromašan u vodi, dok patoka preostaje. Dalje je preporučena u ovoj prijavi kao naročito podesna so za ovu svrhu smeša od oko 70% kalium-acetata i 30% natrium-acetata. Dalje je tamo predviđeno radi uspešnijeg oduzimanja vode da pare alkohola, koje treba prečišćavati prolaze kroz rastvore soli ili suspenzije ili da se u podesnoj napravi, dok ove padaju u sitnim kapljicama na niže, alkoholne pare penju naviše i na koncu predviđeno je ovo dejstvo podesnih sonih rastvora ili suspenzija na pare alkohola, povećati dotle celishodno upotrebom apsolutnog alkohola kao rastvarača ili sredstva za suspenziju za soli sa kojima se oduzima voda, da se može oddestilovati od prinosa sa visokom tačkom ključanja, naročito patoke, ne jedan u vodi siromašni već jedan bezvodni alkohol.

Nadeno je, da se postupak može tehnički i ekonomski uspešno da kombinuje sa dobivanjem sirovog špiritusa iz šira raznog porekla, prevrelih sulfidnih rastvora, koji preostaju pri fabricaciji celuloze iz

drveta i tome sl. i da je za izvođenje postupka dovoljan jedan relativno vrlo jednostavan aparativan uređaj, koji u kalorično ekonomskom pogledu radi naročito povoljno zahvaljujući okolnostima, da se špirit ne koncentriše na pr. na 94 tež. % kao što je do sad bilo uobičajeno destilovanjem uz veliki utrošak pare, nego da se špirit usutroškom umerenih količina toplote predhodno skoncentriše na relativno nisku jačinu i što se glavni rad pri koncentrovanju prebacuje u aparaturu za oduzimanje vode. Dalje se toplota, koja se mora utrošiti za isterivanje zadnjih količina alkohola iz preteklih rastvora i pri prvom koncentrovanju sirovog špiritusa ponovo iskorišćava u velikoj meri.

Već su poznati postupci, kojima se spravlja apsolutni alkohol direktno iz šire u jednom toku rada. Pored ostalih predlaže se jedan takav način rada i u francuskom patentu FP 644202 i u nemačkoj patentnoj prijavi (kl. 6b, S. 85 105 i Kl. 6b, P 1930). U oba slučaja postizava se ušteda u pari u iskorišćavanju toplote, koju sadrži komina i pri teranju zadnjih delova alkohola preostalih rastvora. Kod ovih postupaka ne šteti se u pravom smislu u utrošku toplote, već se iskorišćava postojeća toplota. Ali ekonomski ima smisla jedno ovakvo iskorišćavanje toplote, koju sadrže komina i pretekli rastvori, ako bi se u protivnom slučaju gubila ova toplota. Ovo pak nije slučaj u fabrikama sa modernim uređajem. Toplota, koju sadrže

komina ili pretekli rastvori posle teranja alkohola iskorišćava se bilo pri ukuvavanju komine ili pri preradi iste na ugalj, u drugim slučajevima iskorišćava se ova toplota u velikoj meri za zagrejanje vode ili za grejanje prostorija. Za razliku od poznatih postupaka ne iskorišćava predstojeći pronalazak postojeću toplotu, koja može da se isto tako dobro iskoristi i na drugi način, već uslovljava neposredno manji utrošak toplote zbog toga, što se u rektifikacionoj koloni alkohol ne koncentruje na vrlo visoke stepene, kao što je dosad to uobičajeno bilo, nego sa znatno manjim utroškom pare na umerenu jačinu stepeni, dok se glavni rad pri oduzimanju vode od špiritusa vrši u aparaturi za dobivanje apsolutnog alkohola, na kome se mestu može oduzimanje vode da vrši sa bitno povoljnijim kaloričnim efektom.

U francuskom patentu 644202 i u jednoj nemačkoj patentnoj prijavi Kl 6b S. 85105) pri opisivanju tehničkog stanja utrošak pare za rektifikaciju i oduzimanje vode od alkohola pri upotrebi stare uobičajene koncentracione metode destilovanjem i postupkom azeo-tropskog oduzimanja vode, dat je sa 875 kg za 1 hl apsolutnog alkohola, a pri kombinovanom destilovanju odnosno rektifikaciji i oduzimanju vode podesnim aparatima sa 700 kg na 1 hl. Na osnovi postupka, opisanog u pomenutim patentima navodno je moguće sa 350 kg pare izaći na kraj. Kao što je gore već izloženo, svodi se ova ušteda u glavnom na iskorišćavanju toplote, koju sadrži komina, u velikoj meri. Nasuprot tome predstojeći pronalazak pruža mogućnost u prkos zadržavanju korisne toplote komine, da se izađe na kraj sa manjim utroškom pare od 350 kg. Ako mesne prilike to dopuštaju može se i kod predstojećeg postupka toplota komine delimično ili potpuno upotrebiti za pokriće kaloričnih potreba. Pomenuti utrošak toplote od manje od 350 kg smanjuje se tada prema tome još više.

Uredaj, kakav može da se upotrebi za ostvarenje kombinovanog radnog postupka niže je detaljno opisan i priloženim nacrtima objašnjen.

Šira dolazi kroz cev 1 i prolazi kroz kondenzator 2 kolone A da bi se prethodno zagrejala. Zatim prethodno zagrejana stupa u donji deo radne i koncentracione kolone kod 3. U donjem delu ove kolone otera se iz šire potpuno alkohol, tako da komina, oslobođena od isparljivih delova odlazi kroz cev 4. U gornjem delu kolone A vrši se koncentrovanje smeše para tako da se dobije 60—90% alkohol, koji ne uzimajući u obzir lako isparljivu prethodnu

frakciju kao acet-aldehid, sirćetni etar i sl. sadrži još i celokupnu patoku kao prime-se. Ovaj se proizvod tečan otače kroz cev 5 i dodaje se koloni prethodne frakcije sa kondenzatorima 6 i 7. U ovoj se koloni prethodna frakcija sa niskom tačkom ključanja kao acet-aldehid i estri sa niskom tačkom ključanja kao metil-i etil-acetat odvajaju kao što je moguće bolje. Na protiv ostaje u alkoholu patoka isto tako najveći deo metil alkohola na pr. kod prerade prevrelih sulfitnih rastvora. Prethodne frakcije hlade se u kondenzatoru 8 i odlaze iz aparata kroz cev 9. Zagrejanje kolone B vrši se napravom za grejanje C.

Da bi uklanjanje prethodne frakcije bilo što potpunije da se na pr. razore i zadnji ostaci estara ili da odstrane tragovi aldehida, koji naknadno prelazeći u kiselinu mogu štetno da utiču na kvalitet dobivenog apsolutnog alkohola, može se kuvanje u napravi za grejanje C spojiti sa jednim hemijskim tretiranjem sa hidrok-sidom. Kroz ovu napravu za grejanje struji celokupni alkohol odnosno zadržava se u njoj odgovarajuće vreme prema njenoj zapremini. Jedan deo alkoholnih para, koje se tamo razvijaju, zagreva kroz cev 10 kolonu B; količina, koja se preraduje odgovarajuća glavna količina stupa kroz cev 11 u aparaturu za oduzimanje vode.

U kolonu D stupa alkohol kao para, a od gore kaplje rastvor odnosno suspenzija podesnih soli za oduzimanje vode u apsolutnom alkoholu. Radi toga se vodeni rastvor, dobiven u procesu za oduzimanje vode potiskuje jednom napravom 12 u jedan uzdignut rezervoar 13 u jednoj kadi 14 otera se voda potpuno i rastopljena so rastvara se u apsolutnom alkoholu, koji se odvaja od dobivenog krajnjeg proizvoda cevlju 16, usudu za mešanje 15. Ovaj rastvor stupa u gornji deo kolone kroz cev 17. Pare apsolutnog alkohola, koji destiluje, odlaze gore u kondenzator 18 i napuštaju aparaturu kroz cev 19. Dejstvom soli, koje oduzimaju vodu postizava se u koloni B, da sve prime-se sa visokom tačkom ključanja, koje kad špiritusa više sadrži vode, naročito pri koncentracijama ispod 90% mogu pomešane sa vodenom parom da predu sa prethodnom frakcijom odnosno da pri destilaciji zaprljaju alkohol, koji destiluje odgovarajući njihovoj tački ključanja, u stanju kada sadrže malo vode ili su bez vode predu u ostatak i mogu da se kroz cev 20 otoče sa vodenim rastvorom soli i malim količinama preostalog alkohola. U maloj koloni E iskorišćava se dalje ova osobina u vodi siromašne patoke, radi odvajanja od poslednjih količina alkohola. Ova kolona vraća natrag zadnje

ostatke špiritusa u kolonu D, dok se visoko procentna patoka odvodi sa podesne visine u parnom stanju kroz cev 22 u kondenzator 23. Iz kotla kolone E odvodi se vodeni rastvor, od kojeg je alkohol potpuno oteran kroz cev 24 već pomenutom napravom 12.

Opisanim načinom rada uspeva se spravljanje čistog apsolutnog alkohola direktno iz šire ili iz drugih polaznih materijala, koji sadrže alkohola u jednom toku rada i kontinualnim načinom rada, sa utroškom pare, koji je znatno manji od onog, koji je do sada potreban bio za spravljanje čistog alkohola, koji još sadrži vode (94 tež. %).

Patentni zahtev:

Postupak za čišćenje špiritusa i istovremeno potpuno oduzimanje vode, polazeći direktno od šire u kontinualnom toku rada, naznačen time, što se šire raznog porekla ili prevreli pretekli sulfitni rastvori podvrgnu prvo potpunom oduzimanju alkohola i delimično koncentrovanju na pr.

na 60 do 90% tež. % u jednoj koloni A, što se tu dobiveni nečisti koncentrovani proizvod vraća natrag jednoj koloni za prethodnu frakciju B, koja lako isparljive delove kao acet-aldehid, sirćetni etar i t. d. odvaja kao prethodnu frakciju, našta se u danom slučaju radi uklanjanja zadnjih ostataka ovakvih primesa proizvod podvrgava hemijskom tretiranju u aparatu za kuvanje C i tada se uvodi u kolonu za prečišćavanje i oduzimanje vode D u kojoj odozgo kaplje rastvor odnosno suspenzija jednog podesnog sredstva za oduzimanje vode u apsolutnom alkoholu, na čijem gornjem kraju odlazi čisti bezvodni alkohol i dobiva se hlađenjem, dok se sve primease sa višom tačkom ključanja, naročito patoka zajedno sa malim količinama alkohola i vodenim rastvorom soli odvođe iz kotla kolone za prečišćavanje i oduzimanje vode D i uvode u jednu napravu za oduzimanje alkohola sa kolonom E, u kojoj se patoka zajedno sa alkoholom, preostalim u sonom rastvoru otera, a alkohol posle odvajanja vraća ponovo procesu.



