

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 6 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1 oktobra 1933.

PATENTNI SPIS BR. 10438

Prof. Dr. Leiser Richard, hemičar i Ing. Kovačević Julius, hemičar,
Wien, Austrija.

Postupak za spravljanje sirćetne kiseline iz acetaldehida.

Prijava od 1 avgusta 1930.

Važi od 1 februara 1933.

Za spravljanje sirćetne kiseline pomoću oksidisanja acetaldehida sa kiseonikom ili gasovima, koji sadrže kiseonika (kao vazduh) u neprekidnom postupku, bivaju poglavito upotrebljeni stubovi, koji se ispunjuju čvrstim ispunjujućim materijama, u kojima se kiseonik ili vazduh penje odozdo, pri čemu se acetaldehid i gotova sirćetna kiselina, koja se dodaje radi ubrzanja reakcije, koji u svakom slučaju takođe mogu sadržavati i katalizatore u rastvoru, slika odozgo na niže. Postupci ove vrste imaju nezgodu, da reakcija ne može biti potpuno savladana pomoću hlađenja spolja i stoga nasaju lokalna pregrevanja, što može dovesti do naglog raspadanja persirćetne kiseline ili eksplozivnih gasnih mešavina u međuprostorima punjenja. Ova eksplozivna opasnost biva izbegnuta, ako se kiseonik ili vazduh uvede u kotao, koji je potpuno ispunjen acetaldehidom ili rastvorom acetaldehida u sirćetnoj kiselini odn. u kakvom drugom rastvornom sredstvu, pošto u ovom slučaju sva tečnost dobija istu temperaturu, i spoljnje hlađenje, usled dejstva mešanja gasne struje, utiče uskoro na unutrašnje delove tečnosti. Ali su postupci ove vrste do sada samo u prekidima sprovedeni.

Pronalasku je cilj, da ovaj način rada preobradi u kontinualan. Ovo u glavnom biva postignuto time, što se, pri kontinualnom doticanju acetaldehida, i u svakom slučaju saupotrebljenog rastvornog sredstva, u suprotnom strujanju ka kontinualno penjućem se oksidišćem gasu i pri kontinualnom oticanju obrazovane sirćetne kiseline, pušta, da se reakcija vrši u visokom

stubu tečnosti pri čemu je količina oksidujućih gasova mala u srazmjeri sa ogromnom količinom tečnosti, tako, da pomoću slobodne izmene toplote bude otklonjena opasnost od eksplozije i ipak je izbegnuto mešanje gornjih slojeva, koji su bogati aldehidom, sa slojevima, koji prema dole postaju sve bogatiji sirćetnom kiselinom. Pri tome se može aldehid i rastvorno sredstvo, koje je u svakom slučaju pomešano sa kakvim katalizatorom, uneti u reakciju ili odvojeno ili, po prethodnom mešanju, zajedno.

Radi izbegavanja gubitaka aldehida preporučuje se da se upotrebljeni oksidacioni gas, koji gore ističe, ostavi da u stubu, koji je postavljen iznad reakcionog suda, bude dodirivan pomoću rastvornog sredstva (na pr. sirćetne kiseline), koje reakcionom sudu sveže dotiče, da bi se zahvaćeni aldehid isprao iz gasa i sa eventualno domešanim katalizatorom da se vrati u reakcioni prostor. Dalje, tečnost, koja ističe iz reakcionog suda, biva vođena u zaseban apsorpcioni element (stub, kolonu ili tome sl.), koji se nalazi pod pritiskom i koji je zagrejan na skoro 100°, kome se u suprotnom strujanju upućuje svež oksidacioni gas (na pr. svež vazduh), koji ulazi u sistem da bi se kiselina oslobodila poslednjih ostataka aldehida i da bi se raspala persirćetna kiselina, u koliko se ona ovde uopšte obrazuje. Sirćetna kiselina, koja ističe iz ovog apsorpcionog elementa, i koja sadrži još samo katalizator, biva na poznat način prečišćena pomoću destilisanja.

Za izvođenje postupka služi prvenstveno reakcioni sud, koji je visok u odnosu na

površinu poda, čija je cev za isticanje izvedena kao preliv po načinu sifona, da bi se nivo tečnosti automatski održavao na konstantnoj visini. Reakcioni sud može dalje biti snabdeven raznovrsnim po sebi poznatim uređajima, da bi suprotno delovao na mešavinu slojeva tečnosti i da bi se ostvarilo bolje mešanje gasnih mehurića sa ovom tečnošću. Dalje može reakcioni sud da bude zamenjen i pomoću više stupnjeva jedno za drugim uključenih elemenata, kroz koje tečnost odozgo prema dole redom protiče, pri čemu gas, koji struji od poslednjeg elementa ka prvom, uzima suprotni put.

U nacrtima je radi primera pokazan aparat, koji je podesan za sprovođenje postupka delimično u preseku, delimično u izgledu. Sl. 1 pokazuje šematičku sliku celog postrojenja. Sl. 2 i 3 pokazuju naročite oblike izvođenja reakcionog suda 4 iz sl. 1.

Aldehid biva pomoću pumpe 17 na pritisak potiskivan kroz cev 4a u gornji deo reakcionog suda 4, koji se nalazi pod pritiskom, i koji je snabdeven dvojnim omotačem radi zagrevanja ili hlađenja. Reakcioni sud je na pr. ceo ispunjen sirćetnom kiselinom, koja sadrži kakav podesan katalizator u rastvoru. Sirćetna kiselina, koja je pomešana sa katalizatorom prolazi kroz cev 5a gore u stubu 5, koji se nalazi pod pritiskom i koji je ispunjen granatnim zrnima ili sličnim ispunjujućim telima i kroz sifon 5b odozgo kod 4d, utiče neprekidno u reakcioni sud 4. Reakciona mešavina napušta ovaj sud dole kroz cev 4b, da bi se uputila preko preliva 8 i sifona 3a u stub 3, koji se isto tako nalazi pod pritiskom. Oksidišući gas (na pr. vazduh) biva kompresorom 1 potiskivan u kotao 2, koji pomoću ventila 2a sigurnosti biva održavan na skoro 10—12 atmosfera. Odatle vazduh biva kroz cev 2b, koja je snabdevena ventilima, pritisnut u donji deo stuba 3, koji napušta pri gornjem kraju cev 3c, da bi kod 4c ušla u donji kraj reakcionog suda 4 i u tečnosti, koja ispunjuje ovaj sud, da se u mehurima penje naviše. Zaostali gas napušta reakcioni sud 4 gore s desne strane i suprotnim strujanjem prema sirćetnoj kiselini ulazi dole sa strane u stub 5 i kod 5c izlazi iz suda slobodan od aldehida, da bi zatim kroz cev 6 bio pušten u slobodu. U stubu 3 vlada pritisak, koji je viši za visinu tečnosti stuba 4 (oko 8 atm) od pritiska u stubu 5, usled čega se u cevi 8 uspostavlja stub tečnosti, koji dopire do gornje krivine cevi, koja sprečava neposredno strujanje vazduha iz stuba 3 u stub 5. U stubu 3, koji je skoro na 100° C zagrejan susreće se sirćetna kiselina, koja ulazi pri skoro 55° C, sa svežim vazduhom, koji

odozdo pridolazi tako, da oksidiše ostatke aldehida, koji se eventualno još nalaze, odnosno ih izgoni. Ovde takode biva razorena persirćetna kiselina, koja bi se eventualno obrazovala. Iz stuba 3 tečnost, koja je skoro oslobođena od aldehida, teče kroz cev 3b u sud 9, koji se nalazi pod istim pritiskom kao i stub 3.

Tečnost, koja je prikupljena u sudu 9 na pritisak biva povremeno potiskivana kroz cev 9a, koja je snabdevena ventilom, preko hladnika 10 u sud 11 za prikupljanje, koji se nalazi pod atmosferskim pritiskom. Iz ovog teče po potrebi u destilacionu retortu 12, koja se zagreva pomoću pare ili u sud 7 na pritisak (za ovo potrebna cev nije predstavljena na nacrtu). U hladniku 13 kondenzovani destilat biva prikupljen u sudovima 14 i 15, koji su namenjeni za prvenac odn. čistu sirćetnu kiselinu. Destilisanje sirćetne kiseline se vrši pod sniženim pritiskom, koji biva proizveden pomoću vakuumpumpe 16.

Jedan deo sadržine suda 11 za prikupljanje, kao i destilacioni zaostatak iz retorte 12 (sirćetna kiselina sa rastvorenim katalizatorom) teku privremeno u sud 7 na pritisak i odatle bivaju potisnuti u stub 5, da bi ponovo stupili u reakcioni kružni tok. 18 je naprava za posmatranje količine tečnosti, koja protiče.

Da bi se put gasne struje produžio i da bi se delovalo nasuprot mešanju slojeva tečnosti, preporučuje se, da se u reakcionom sudu 4 postave pregradni zidovi 19, koji se nalaze pomereno jedan prema drugome, koji gasu pripisuju cik-cak kretanje (sl. 2). Pregradnim zidovima biva najbolje dati slab nagib prema gore. Kao reakcioni sudovi mogu biti upotrebljene i proizvoljne kolone, naročito kolone sa dnom u vidu zvona (sl. 3), pri čemu cevi 20 za povratno kretanje, odn. gasne cevi 21, pojedinih dna 22 toliko visoko strče iznad ovih, a zvona 23 bivaju toliko duboko spuštene prema dole, da se na dnu uspostavlja odgovarajući visoki slojevi tečnosti i gasni prostori su što je moguće manji, da bi se izbegla opasnost od eksplozije. Takođe su i reakcioni sudovi po načinu kolona snabdeveni sa dvojnim omotačima.

Kod uključivanja jedno za drugim više elemenata jedne ili više vrsta mora svaki pojedini element pomoću preliva u vidu nategače biti vezan sa sledećim elementom.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za spravljanje sirćetne kiseline iz acetaldehida pomoću uvođenja kiseonika ili oksidišućih gasova (kao vazduha) u sud, koji je ispunjen tečnim acetaldehidom ili mešavinom acetaldehida i ra-

rastvornog sretstva, naročito sirćetne kiseline, najbolje uz dodavanje prenosilaca kiseonika, naznačen time, što se pri kontinualnom doticanju acetaldehida i u svakom slučaju saupotrebljenog rastvornog sretstva u suprotnom strujanju ka oksidišućem gasu, koji se kontinualno penje prema gore i pri kontinualnom oticanju obrazovane sirćetne kiseline, reakcija pušta, da se vrši u visokom stubu tečnosti, pri čemu je količina oksidišućih gasova, mala u srazmeri sa ogromnom količinom tečnosti tako, da slobodnom izmenom toplote bude otklonjena opasnost od eksplozije i ipak da bude izbegnuto mešanje gornjih slojeva, koji su bogati aldehidom, sa slojevima, koji prema dole postaju sve bogatiji sirćetnom kiselinom.

2. Oblik izvođenja postupka po zahtevu 1, naznačen time, što se upotrebljeni oksidacioni gas, koji gore ističe, pušta u odvojeno postavljenom stubu ili tome slično da dođe u dodir sa rastvornim sretstvom, koje dotiče reakcionom sudu, da bi se uzeti aldehid isprao iz gasa, i sa eventualno domešanim katalizatorom da se povрати u reakcioni prostor.

3. Oblik izvođenja postupka po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što tečnost, koja odlazi iz reakcionog suda, biva u zasebno zagrejanom stubu ili tome slično upućena suprotnim strujanjem u suprotnom pravcu prema svežem oksidacionom gasu, koji utiče u sistem.

4. Naprava za izvođenje postupka po zahtevu 1 do 3, naznačena time, što se upotrebljava visoki reakcioni sud sa srazmerno malim prečnikom, čija je cev za odilaženje izvedena kao preliv po načinu sifona, da bi se nivo tečnosti u sudu automatski održavao na konstantnoj visini.

5. Oblik izvođenja naprave po zahtevu 4, naznačen time, što su u reakcionom sudu postavljeni predgradni zidovi, koji se nalaze pomereno jedan prema drugome, koji gasu pripisuje cik-cak kretanje i koji imaju slab nagib prema gore.

6. Oblik izvođenja naprave po zahtevu 4, naznačen time, što se upotrebljuju reakcioni sudovi u vidu kolona naročito po načinu kolona sa dnom u vidu zvona, pri čemu cevi za povratni tok i gasne cevi pojedinih dna tako visoko strče iznad ovih i zvona tako duboko zalaze, da se na dnu postavljaju visoki slojevi tečnosti, a gasni prostori su mali da bi se izbegla opasnost od eksplozije.

7. Oblik izvođenja naprave po zahtevu 4 do 6, naznačen time, što reakcioni sud biva zamenjen sa više stupnjevito jedno za drugim uključenih elemenata, kroz koje tečnost protiče odozgo naniže, pri čemu gas, koji struji od poslednjeg elementa ka prvom, uzima suprotan put.

8. Oblik izvođenja naprave po zahtevu 7, naznačen time, što je svaki pojedini element pomoću preliva u vidu sifona vezan sa sledećim elementom.

Fig.1

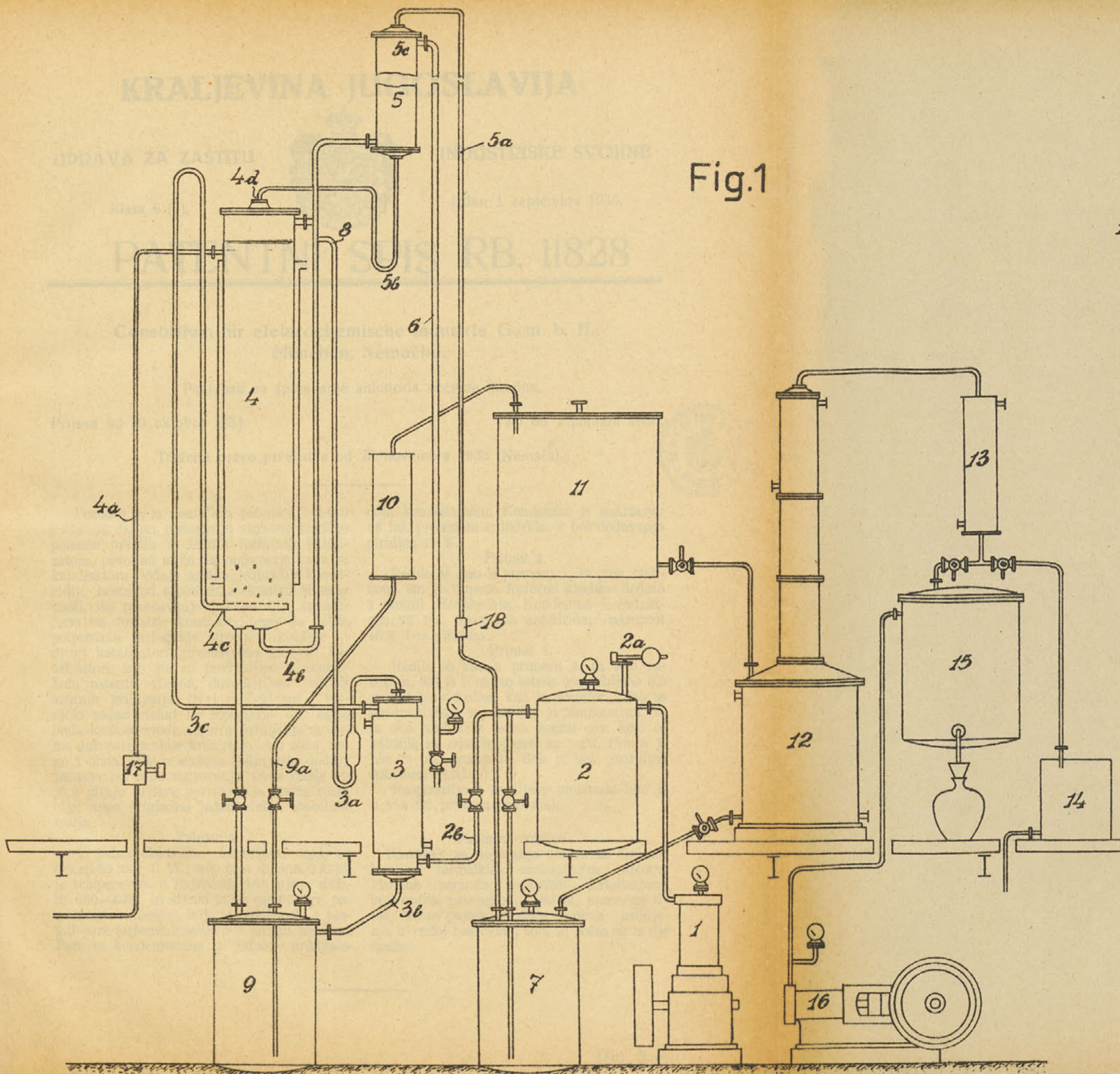


Fig.2 *Ad patent broj 10438.*

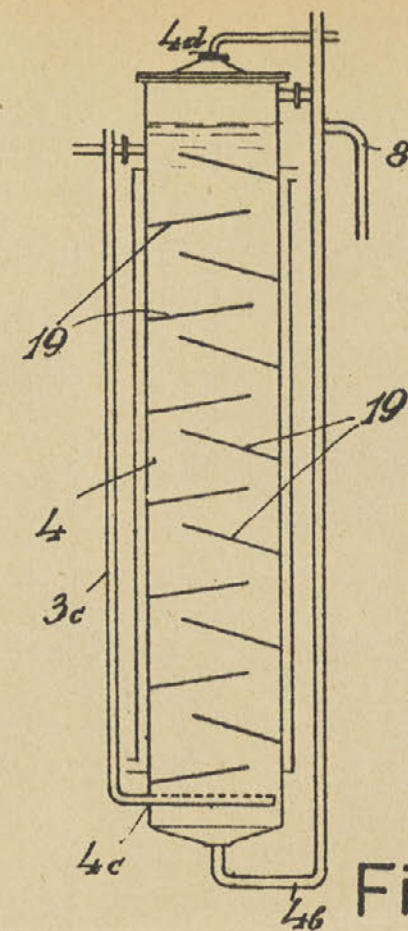


Fig.3

