

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Razred 6 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Julia 1926.

PATENTNI SPIS ŠT. 3689

Dr. Hermann Suida, vseučilišni profesor, Mödling, Avstrija.

Postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene očetne kisline.

Prijava z dne 26. januarja 1925.

Velja od 1. junija 1925.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 8. marca 1924. (Avstrija).

Znano je, da je mogoče z ekstrakcijo razredčenih vodnatih raztopin očetne kisline z v vodi težko ali neraztopljivimi, za očetno kislino pa veliko raztopno vsebnost imajočih, tekočih topil ekstrahirati očetno kislino na več ali manj popolnen način in jo pridobivati po primerni ločitvi od topila v napram vodi bolj koncentrirani obliki kakor se je nahajala v izhodnem materialu.

Našlo pa se je, da se da ekstrakcija očetne kisline iz razredčenih vodnatih raztopin očetne kisline izvesti na nepričakovano ugodnejši način in z neprimerno boljšim uspehom, ako se očetna kislina odtegne n. pr. na temperaturi do 150° prekogreti mešavini očetne kisline in vodne pare ob uporabi istih ekstrakcijskih sredstev, ki jih je izumitelj že preje priporočal v enaki namen. To so topila, ki imajo ob majhni ali izginljivi topkosti v vodu in veliki topilni zmožnosti za očetno kislino nad 150° ležeče, torej bistveno višje vrelišče kot čista očetna kislina. Kot takošna topila pridejo poglavito v poštev: hidroksilove skupine vsebujoče (vsebne), aromatične spojine, torej poglavito fenolovi skupini pripadajoča telesa ali tudi mešavine istih kakor n. pr. enovalentni fenoli (izvzemši karbolno kislino), n. pr. kresoli, večvalentni fenoli, posebno v obliki svojih etrov (guajakol in homologi), hidrirani fenoli, kakor n. pr. heksahidroresoli in derivati zgoraj omenjenih spojin, konečno vse naravne ali umetne zmesi, ki vsebujejo zgoraj omenjene spojine zlasti težka fenolična lesnokatranova olja (kreozoti), kreozoti rujavo premogovnega katrana in kreozoti črnopremogovnega katrana, nade-

lje tekoče maščobne kisline z vreliščem nad 150°, kakor n. pr. višji homologi očetne kisline ali tudi oljna kislina. Prekogretje zmesi očetne kisline in vodne pare se lahko izvrši na dva načina: ali se dovaja ekstrakcijskemu aparatu, ki je na primerni način izobličen kot kolona, spodaj prekogreta zmes pare očetne kisline in vodne pare ter pošlje temu prekogretemu parnemu toku predsegreto ekstrakcijsko sredstvo naproti, pri čemur odhaja od očetne kisline oproščena vodna para na zgornjem koncu kolone, dočim odteka na spodnjem koncu kolone ekstrakcijsko sredstvo, nasičeno s koncentrirano očetno kislino. Ali pa se izvede proces tako, da se uvaja ne prekogreta zmes pare očetne kisline in vodne pare spodaj v kolono, pa se segreva kolono na take temperature da se pare očetne kisline in vode v koloni prekogrejejo.

Kakor znano, se „nasičene“ pare vedejo vse drugače kot „prekogrete“. V predležem slučaju prevzame topilo mnogo večje množine koncentrirane očetne kisline v primeri z lastno težo, kakor če se ekstrakcija vrši z ne prekogretim parami. Istočasno je v ekstrakcijskem sredstvu se nahajajoča očetna kislina mnogo večje koncentracije, kakor če se ekstrakcija vrši z istim ekstrakcijskim sredstvom iz mrzle ali tople tekoče zmesi očetne kisline in vode ali iz zmesi nasičenih par iz očetne kisline in vode. To se da brez vsega razjasniti ker je raztopnost prekogrete vodne pare v ekstrakcijskem sredstvu izginljiva, dočim je raztopnost prekogrete pare očetne kisline jako znatna. Z zmanjšanjem parnega tlaka, ki ga očetna kislina dobi nad ekstrakcijskim sred-

stvom, se njeno vrelišče prav bistveno poviša, torej pridvigne nad 119° dočim more odhajati pri tej temperaturi na 119° , prekogreta vodna para vsled pomanjkanja vsakojakega zmanjšanja parnega tlaka nad ekstrakcijskim sredstvom. Ekstrakcijski in pomnožilni proces se vrši torej pri temperaturah med 101° do 130° , torej med temperaturo nasičene zmesi pare očetne kisline in vodne pare, koja (zmes) se je dovedla procesu v kolikor gre za razredčeno očetno kislino od kakih 10%.

Na risbi so na sl. 1 in sl. 2 prikazane primerične izvedbene oblike za proizvodbo predležčega postopka služečih priprav šematično deloma v podolžnem prerezu.

Po sl. 1 se n. pr. 10%-na očetna kislina provaja skozi cev 1 v mehur 2 in s pomočjo kačje cevi 3 izpari. Pare strujijo skozi cev 4 v z napolnilnimi telesi, kakor n. pr. obroči ali pod. napolnjeno kolono 5, skozi kojoj drži segrevalna cev 6 aksialno. Po cevi 7 doteka surovi kresol trajno in sicer približno v enaki množini, kakor dovajana zmes pare očetne kisline in vodne pare. Po segrevalni cevi 6 se dovaja od spodaj segret zrak, tako da temperatura kolone na zgorenjem koncu kolone ne znaša bistveno več kot 100° , dočim leži dalje spodaj temperatura primerno višje, tako da se ob vstopnem mestu cevi 4 pare očetne kisline in vodne pare te vstopajoče pare prekogrejejo. Na spodnjem koncu kolone odteka neprestano skozi sifon 8 vroč kresol, ki je naložen z očetno kislino od 80 do 90%, in se more v prilegajočem se destilacijskem aparatu, najprimernejše v vakuumu, istotako neprekinjeno razdeliti v obe svoji sestavini, surovi kresol in visokokoncentrirana očetna kislina (od 80 do 90%). Skozi cev 11 na zgornjem koncu kolone odhaja vodna para. Segrevanje kolone se lahko ravno tako vrši s pomočjo segrevalnega plašča ali s pomočjo skozi kolono držeče segrevalne kače za obrat z vročo vodo ali paro. Ako se dela na sicer enaki način, toda brez prekogretja par, odteka iz kolone kresol, ki je naložen z očetno kislino od samo 30%.

Sl. 2 kaže izvedbeno obliko koloninega aparata, pri koji se približno 10%-na zmes pare očetne kisline in vodne pare prekogreje pred njenim vstopom v kolono. Tukaj gre parna zmes iz mehurja 2 najprej skozi kačjo cev 9, ki leži v posodi 10, koja je napolnjena s primerno segrevalno tekočino in prestopi v prekogretem stanju v kolono 5, koje napolnič curlja iz cevi 7, ki se končuje v pršnik 10, surovi kresol ali pod. Tudi tukaj odhaja skozi cev 11 vodna para, dočim odteka skozi sifon 8 neprestano raztopina od 80 do 90% očetne kisline v kresol. Segrevanje kolone se vrši tukaj po prekogretni zmesi pare očetne kisline in vodne pare.

V sprednjih primerih je govor samo o surovem kresolu kot topilu za očetno kislino. Samo po sebi pa se umeje, da se ravno takó lahko uporabljajo ostale spredaj navedene tekočine, ne da bi bilo treba kaj izpremeniti delovni način in aparaturo.

Patentne lastitve:

1. Postopek za pridobivanje koncentrirane očetne kisline iz razredčene očetne kisline, označen s tem, da se očetna kislina ekstrahira iz prekogrete zmesi pare očetne kisline in vodne pare po v vodi težko ali neraztopljivih oljih, kojih vrelišče leži bistveno višje od vrelišča očetne kisline, in se v ekstrakcijskem olju nahajajoča koncentrirana očetna kislina loči na poznani način po destilaciji v primernih aparatih od topila.

2. Izvedbena oblika postopka po lastitvi 1, označena s tem, da se v slučaju izvedbe ekstrakcije v koloninem aparatu v protistruji zmes pare očetne kisline in vodne pare prekogreje na primerni način pred vstopom v ekstrakcijski aparat.

3. Izvedbena oblika postopka po lastitvah 1 in 2, označena s tem, da se prekogretje zmesi pare očetne kisline in vodne pare izvrši v ekstrakcijskem aparatu, n. pr. v koloninem aparatu, s segrevanjem istega na primerni način.

Fig.2

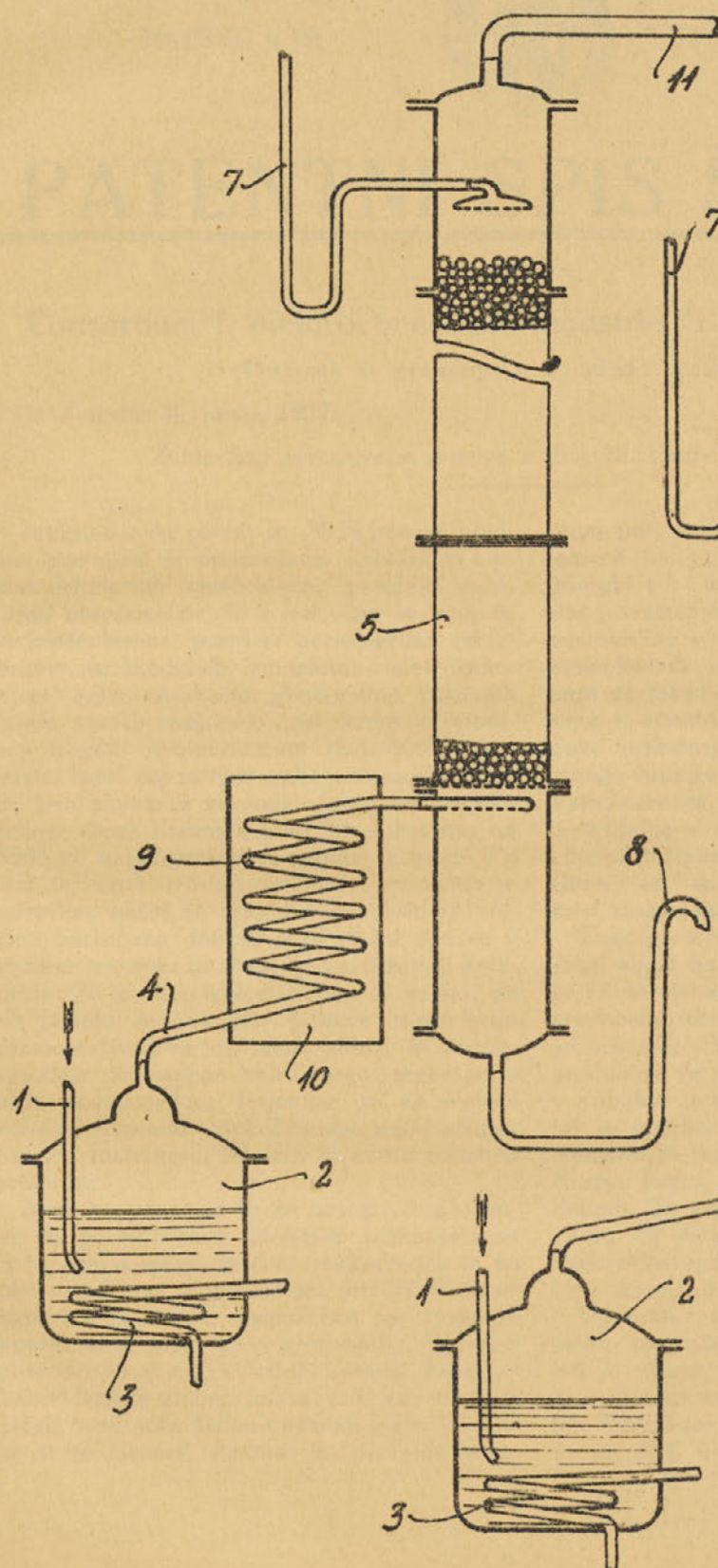


Fig.1

