

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Razred 6 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Septembra 1930.

PATENTNI SPIS ŠT. 7332

Consortium F. Elektrochemische Industrie G. m. b. H., München.

Postopek za koncentriranje vodene očetne kiseline.

Prijava z dne 14. marca 1929.

Velja od 1. aprila 1930.

Zahlevana prvenslvena pravica z dne 19. marca 1928. (Nemčija).

Znano je, da se more pridobivati ledeni ocel iz vodene očetne kiseline potom ponovne ekstrakcije z organskimi topili (glej na pr. E. Galitzenstein, Zeitschrift für angew. Chemie 29 stran 148). Pri tem su se uporabljale kot ekstrakcijska sredstva prednostno klorovi ogljikovodiki. Nedostatek tega postopka leži v dejstvu, da leži razdelilno ravnotežje med rastopinami očetne kisline in ekstrakcijskimi sredstvi zelo neugodno, tako da so potrebne ponovne ekstrakcije in vsled tega velika količina ekstrakcijskih sredstev, da se očetna kislina znatno ekstrahira, ali pa da raztaplja ekstrakcijsko sredstvo tudi še večje količine vode, tako da se ne da dobiti visoko koncentrirana očetna kislina.

Našlo pa se je, da se v eni sami ekstrakciji vzprejme celotna očetna kislina od razmeroma majhne količine topila in da se istočasno izloči vsa voda kot led, ki je prost očetne kisline, ako se ohladi razredčeno očetno kislino v prisotnosti kakenga topila očetne kisline do zelo nizke temperature, svrhi odgovarjajoče do temperature, pri kateri zmrzne očetnokislinski — vodeni eutektikum, torej na približno — 27°. Odločitev očetne kisline od vode se posreči z vsakim topilom potom ekstrakcije pri navedeni nizki temperaturi bolje kakor pri navadni temperaturi. Zlasti pripravna so taka topila, ki posedujejo pri zadostni zmožnosti topljenja za očetno kislino zelo majhno topljivost za vodo, kakor na pr.

klorovi ogljikovodiki, zlasti dikloretilen, trikloretilen, diklormetan, tetrakloretan, dalje estri, zlasti ester očetne kisline, acetonoovo olje in dr. Tudi zmesi topil, na pr. etilaketal z ogljikovodiki ali klorovimi ogljikovodiki so pripravne.

Primer. 1000 utežnih delov 40%-ne očetne kisline hladimo z 1200 utežnimi deli dikloretilena med dobrim mešanjem na približno — 27°, dokler se ne tvori več led. Voda se nahaja tedaj kot led, ki je prost očetne kisline, medtem ko je celotna očetna kislina z zelo majhnimi količinami vode raztopljena od dikloretilena. Led ločimo v centrifugah, filterskih stiskalnicah ali podobnih pripravah, ki so zadostno zavarovane proti izgubi mraza, od ekstrakta in ga operemo z dikloretilenom, ki ima nizko temperaturo, tako da je prost očetne kisline, Mraz, ki se nahaja v ledu in v ekstraktu se uporablja zopet za predhlajenje izstropnih snovi oziroma za hlajenje kondenzatorja kakenga mrazotvornega stroja. Nameto dikloretilena se uporabljajo lahko z ravno tako dobrim uspehom druga znana topilna očetne kisline ali pa topilne zmesi.

Seveda se mora pri tem množina topilnega sredstva prilagoditi njegovi topilni zmožnosti za očetno kislino pri nizki temperaturi.

Potom odfrakcioniranja topilnega sredstva od očetne kislinske ali pa odfrakcioniranja očetne kisline od topilnega sredstva (ako ima topilno sredstvo višje vrelišče), se pri-

dobiva potem lahko ocelna kislina kot ledeni očet. Pri tem frakcioniranju destilirajo v ekstraktu nahajajoči se majhni deli vode s pretokom.

Da se prepreči primrznenje ledu na hladilne površine ekstrakcijskega aparata, s čimer se otežkoči toplotna transmisija in prenos ledu v pripravo za filtriranje, se postopek izvede svrhi odgovarjajoče na ta način, da ohladimo topilno sredstvo, ki ga držimo stalno v stanju gibanja najprej na temperaturi pod -27° in mu dodajamo potem vzdržujoč navedeno nizko temperaturo postopoma predhlajeno razredčeno očetno kislino. V tem slučaju se led ne izloči ob hladilni površini sami, temveč v notranjosti ekstrakcijskega sredstva.

Praktična izvedba postopka bodi kot primer obrazložena na podlagi priključene risbe. V tej risbi je *a* mešalni kotel s stenami, ki se dajo hladiti, *b* črpalka, *c* hladilnik za nizko hlajenje, *d* centrifuga ali druga priprava za filtriranje, *e* izmenjalec mraza, *f*, *g* in *h* so posode. Vsi aparati so zavarovani proti izgubi mraza. *i* je aparat za frakcioniranje.

Ekstrakcijsko sredstvo, ki se nahaja v posodi *g*, se vpolni v mešalni kotel *a*; črpalka *b* ga žene v krogotoku skozi hladilnik *c* tako dolgo, dokler ni dosežena temperatura nižja kakor -26° . Nato se dodaja vzdržujoč ohlajenje razredčena očetna kislina postopoma iz *f*, pri čemer ne sme temperatura narasli preko -25° in pri čemer naj znaša prednostno samo -27° . Ko je razredčena ocelna kislina dodana, se vklopi centrifuga *d* in se črpa vsebina kotla *a* skozi hladilnik *c* potom centrifuge. Filtrat se vodi skozi izmenjalec mraza *e*, odda tam svoj mraz na dikloretilen, ki je že odfrakcioniran in prost ocelne kisline, in teče potem v frakcijski aparat, kjer se odloči od ocelne kisline. Dikloretilen uporabljamo, potem ko smo ga ohladili na nizko temperaturo, najprej za ispiranje vsebine centrifuge. Led, ki je optežen z ekstrakcijskim sredstvom, stalimo svrhi odgovarjajoče v centrifugi sami, njegov mraz pa iskoristimo, na pr. s tem, da peljemo čisto ekstrakcijsko sredstvo, katero segreje

v konpenzatorju hladilnega stroja razvita toplota preko tališča ledu, skozi centrifugo in vzdolž kondenzatorja v krogokotu, pri čemer oddaja svojo toploto na led in se ista tali. Led pa lahko tudi izpraznimo ter uporabimo lahko njegov mraz tudi na kak drug način. V vodi raztopljeno ekstrakcijsko sredstvo odstranimo iz vode potem destilacije, svrhi odgovarjajoče — da štedimo toploto — potom destilacije v vakuumu, pri čemer kondenziramo ekstrakcijsko sredstvo prednostno šele po vakuum-črpalki. Ekstrakcijsko sredstvo odstranimo lahko iz vode tudi potom ekstrakcije s pomočjo kakega drugega topilnega sredstva, katerega vrelišče leži višje ali nižje. Nadalje je možno uporabljati vodo, ki vsebuje topilno sredstvo, namesto sveže vode v enem fabrikacijskem procesu, v katerem se vrši razredčenje ocelne kisline (na pr. pri obarvanju acetilceluloze). Ako vsebuje razredčena kislina, ki naj se predeluje glasom predležečega izuma, še mineralne kisline, potem se te kisline svrhi odgovarjajoče pred predelavo neutralizirajo s pomočjo alkaliacetata ali alkalikarbonata.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za pridobivanje koncentrirane ocelne kisline iz vodene ocelne kisline potom ekstrakcije s topilnimi sredstvi za očetno kislino, prednostno s takimi, ki vsebujejo klorove ogljikovodike, označen s tem, da se vodena ocelna kislina obdeluje izpod -20°C , prednostno izpod -25°C , s topilnim sredstvom.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se ohladi najprej ekstrakcijsko sredstvo do nizke temperature in da se mu dodaja, postopoma, med-tem ko se isto giblje in se nizka temperatura vzbržuje, vodena ocelna kislina.

3. Postopek po zahtevih 1 in 2, označen s tem, da se oddaja mraz, ki ga vsebuje ta ohlajeni ekstrakt in led, s pomočjo priprav za izmenjanje toplote na daljnje tekočine, ki se naj ekstrahirajo, in na sveže topilno sredstvo oziroma na kondenzator mrazolovnega stroja.

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZASTITU

INDUSTRIJSKE SVOJNE

Broj 517

God. 1. Oktobr 1926.



