



PATENTNI SPIS ŠTEV. 12523

Société des Produits Chimiques de Clamecy, Clamecy (Nièvre) in Etablissements Lambiotte Frères, Prémery (Nièvre), Francija.

Postopek za koncentracijo vodenih raztopin očetne kisline in razporedbe za uporabo.

Dopolnilni patent k patentu štev. 12522.

Prijava z dne 13. julija 1935.

Velja od 1. januarja 1936.

Najdaljši čas trajanja do 31. decembra 1951.

V osnovnem patentu je bil opisan postopek za koncentracijo vodenih raztopin očetne kisline, kateri obstoja v bistvu v tem, da se obdelujejo vodene pare očetne kisline, izvirajoče od izparitve enega dela raztopine, s tretjim telesom, katero deluje kot topilo kisline v parni fazi, in da se v vodni fazi ekstrahira s pomočjo prikladnega topila kisline, vsebovana v drugem delu raztopine, pri čemer sta izparitev in deflegmacija tega topila zasigurani po kalorijah, katere so na razpolago pri vrhu destilacijske kolone, ki služi za obdelavo prvega dela raztopine. V tej prijavi je bila kot primer za realizacijo tega postopka navedena kombinacija obdelave potom ekstrakcije v tekoči fazi z destilacijskim postopkom azeotropskim potom.

Predmet tega dodatka se nanaša na uporabo zgoraj navedenega postopka v slučaju, kjer se vrši dehidracija kisline v parni fazi v prisotnosti nekega težkega topila kisline, kakršna zlasti težka lesna olja, pri čemer se pare, katere odhajajo pri vrhu dehidracijske kolone in katere sedaj obstojajo skoro izključno iz vodne pare, izkoriščajo kakor poprej za izparitev lahkega topila, katero je služilo za ekstrakcijo v tekoči fazi, dočim se težka olja, ki vsebujejo kislino, podvržejo destilaciji, katera od njih loči kislino.

Na priloženom načrtu je pokazana kot primer, ki naj ne bo limitativen, shema instalacije za izvedbo takega postopka.

V tej shemi je z 1' označena rezervna posoda, katera vsebuje raztopino, ki naj se obdeluje, na primer vodeno nekatransko raztopino očetne kisline. En del te raztopine je napeljan po cevovodu 2', opremljenem z ventilom 3', v izparilnik 4', ki to raztopino popolnoma izpari, in pare se vodijo skozi cev 5' v spodnji del kolone 6', v kateri zgornji del prihajajo lesna olja, katerih vrelišče je višje od 230°C. Vodna para, katera odhaja pri vrhu kolone 6', z nekoliko sopotegnjenega olja je napeljana naprej po cevi 7', da služi za izparitev topila, katero je ekstrahiralo kislino v tekoči fazi, kakor bo to spodaj še obrazloženo. Težka olja, nasičena s kislino, odtekajo v dehidracijsko kolono 8' in pasirajo nato separacijski ogrevalnik 69, ki dopušča popolno destilacijo raztopljenе kisline. Težka olja, izčrpana glede kisline, se vsesavajo od črpalke 70 in se dvigajo v zgornji del kolone 6', da tako zopet pridejo v ekstrakcijski cikel. Pare kisline, katere odhajajo pri vrhu kolone 69, se napeljejo v kolono 71, kjer se ločijo od težkih produktov, in kislina, ki se kondenzira v kondenzatorju 72, se nabira v čeburu 73, pri čemer gre en del te kisline nazaj v kolono 71 po cevi 74,

ki je opremljena z regulacijskim ventilom 75. Da se olajša ločitev kisline in katrana, so ogrevalnik 69, kolona 71, kondenzator 72 in sprejemalni čeber 73 prednostno držani pod prikladnim vakuumom s pomočjo vakuum-ske črpalke 76.

Drugi del raztopine, vsebovane v posodi 1', se more izčrpati s pomočjo naslednje razporedbe, katera v bistvu odgovarja razporedbi, ki je bila v osnovnem patentu opisana za obdelovanje bistre tekočine, ki izvira od destilacije lesnega octa.

Ta del raztopine je napeljan skozi cev 11', opremljene z ventilom 12', v ekstrakcijski aparat 13' na protitok, ki obstoja iz zbiralne kolone, pri čemer prihaja raztopina, ki naj se obdeluje, v zgornji del te kolone, topilo (na primer metil-propionat) pa v spodnji del kolone skozi cev 14'. Voda odhaja, domala prosta kisline, skozi cevovod 16' in je napeljana v ogrevalnik 60, odkoder odteka v majhno kolono 17', v kateri se oprosti raztopljenega metil-propionata. Slednji se vodi dalje skozi cevovod 18' v kondenzator 19' voda pa se odstranjuje pri 20'. Metil-propionat, ki je nasičen z očetno kislino, kontinuirno odhaja iz ločilne kolone 13' potom cevi 21' in je napeljan v izparilno pripravo 23', ki vsebuje vodoraven sveženj cevi, kateri je razdeljen v oddelke 23^a, 23^b, 23^c, v katerih pasira vodna para, prihajajoča skozi cev 7' iz dehidratijske kolone 6'.

Pare metil-propionata, očetne kisline in vode, katere se proizvajajo v izparilniku 23', se vodijo skozi cev 61 v spodnji del kolone 22', iz katere zgornjega dela odhaja zmes par metil-propionata in vode, katera je napeljana po cevi 24' v kondenzator 19'. Heterogeni kondenzat, ki se proizvaja v slednjem kondenzatorju, odteka v florentinko 15', kjer se dekantira in odkoder se metil-propionat vodi naprej po cevi 14' v ločilno kolono 13'. Voda katera odteka skozi 25' iz florentinke 15', se pošilja v cev 16', kjer se zopet združi z majhnimi množinami izčrpane vode, katere odhajajo iz protitočne ko-

lone 13' in gredo v ogrevalnik 60. Pri dnu kolone 22' odteka trojna zmes metil-propionata, očetne kisline in vode, katera je napeljana po cevi 31' v kolono 29', ki prejema po cevi 62 tudi neizparjeno tekočino, katera vsled prebitka odteka iz zadnjeg oddelka 23^c izparilnika 23'. Ta kolona 29' odtegne kislino od metil-propionata in vode, pare teh snovi pa se vodijo naprej po cevi 28' v podnožje kolone 22', dočim koncentrirana očetna kislina odteka v 32'.

Vodna para nasičena s težkimi olji, katera izvira od dehidratijske kolone 6' in teče skozi izparilnik 23', se v slednjem deloma kondenzira. Kondenzat se vodi po cevi 35' v florentinko 36', odkoder se malenkostna množina težkih olj, ki se morejo dekantirati, vodi v vrh kolone 6', dočim se voda odstranjuje pri 37' in je napeljana k iztoku. Para, katera ni bila kondenzirana v izparilniku 23' se pošilja po cevi 63 skozi ogrevalnik 60 majhnih vodnih množin, nasičenih z metil-propionatom, nato pa v kondenzator 34'. V teh dveh aparatih kondenzirana tekočina je napeljana po ceveh 35" in 35", v florentinko 36'.

Patentni zahtev:

Postopek za koncentracijo vodenih raztopin očetne kisline po osnovnem patentu št. 12522, pri katerem se en del raztopine, ki naj se koncentrira, obdeluje s topilom v tekoči fazi, drugi del pa se destilira in obdeluje v parni fazi s pomočjo tretjega telesa, označen s tem, da se vrši dehidracija kisline v parni fazi v prisotnosti težkega topila kisline, kakršna so zlasti težka lesna olja, pri čemer se pare, katere obstojajo skoro izključno iz vodne pare in sedaj odhajajo pri vrhu dehidratijske kolone, izkoriščajo za izparitev lahkega topila, katero je služilo za ekstrakcijo v tekoči fazi, dočim se težka olja, ki vsebujejo kislino, podvržejo destilaciji, katera od njih loči kislino.



