

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 6 (3)

Izdan 1 decembra 1932.

## PATENTNI SPIS BR. 9306

### Société Anonyme des Distilleries des Deux—Sèvres, Melle (Deux—Sèvres) Francuska.

Postupak za dobijanje organskih tekućina, kao alkohola, iz vodenih otopina.

Prijava od 26 avgusta 1930

Važi od 1 januara 1932

Traženo pravo prvenstva od 26 avgusta 1929 (Francuska).

Poznati postupci za dehidriranje alkohola po principu azeotropičke destilacije primjenjivali su se do sada jedino kod koncentriranog alkohola. To je razumljivo odatle, što se je od vode slobodni alkohol kod tih metoda dobivao kao zadnji tok, t. j. na podnožju kolone i što je pri tome bilo potrebno, da se u svrhu odstranjenja vode alkohola isti čitavi ispari zajedno sa po prilici 20-erostrukom količinom oduzimajućih tjeles. Ti su postupci tehnički nemoćni, čim koncentracija alkohola, kojeg valja deshidrirati, spadne ispod izvjesne granice na pr. 80—85° Gay-Lussaca.

Poznati jedan postupak (njemački patent broj 287.897), po kojem se iz jedne obične koncentracione kolone potičuće pare dovede do deshidracione kolone, nije iz istih razloga doveo do zadovoljavajućeg uspjeha. Ako se naime deshidraciona kolona napuni sa parama, koje potiču od visokostepenaste kolone, to se iskorišćuje samo četvrtina ili petina u toj koloni stvarno nalazeće se toplinske energije, dok se ostatak izgubi u odvodnom kondenzatoru.

U svom francuskom patentu broj 644.202 od 21 aprila 1927 opisala je vlasnica patenta postupak za deshidriranje komine ili razrednog alkohola. U prvom redu radilo se je tu o ponovnom dobivanju topline, pri čemu se je najprije alkohol u prvoj koloni koncentrirao na 90—95° G. L. i zatim se je taj alkohol pomoću azeotropičke destilacije deshidrirao u jednoj drugoj odijeljenoj koloni, koja je spojena sa pobočnim kolonama. Druga kolona providena je sa

jednim izmjenjivačem topline te se grije u cijelosti ili djelomično sa toplinskom energijom, dobivenom u prvoj koloni.

Predležeci pronalazak odnosi se na postupak za izravno deshidriranje komine ili razrednog alkohola uz istodobnu primjenu obične ili azeotropičke destilacije u jednoj te istoj koloni, pomoću zajedničkoga grijanja, pri čemu se treba samo para, potrebna za destiliranje komine i time se dobiva alkohol od više nego 97,5°, koji se zatim na poznati način potpuno deshidrira.

Za izvedbu pronalaska upotrebljava se jedna obična kolona za visoki stepen, koja imade, kako je poznato, jednu zonu za destiliranje (br. 1), jednu zonu za koncentriranje alkohola sve do 90—95° G. L. (br. 2) i iznad toga nalazeća se dna, koja tvore treću zonu za azeotropičku destilaciju, u kojoj se nalazi tekuće oduzimajuće sredstvo, koje neprekidno radi. Kod pogona kolone daje se ustanoviti, da tekućina onih dna, koja se nalaze između zone za koncentriranje alkohola (br. 2) i gornje zone (br. 3), sadrži oduzimajuće sredstvo u količinama, koje se pravilno smanjuju odozgor prema dolje, te prije svega alkohola od višeg stepena, nego što imade azeotropična mješavina od vode i alkohola, na pr. 97,5—99,5°.

Stepen alkohola ovisi o količini pare upotrijebljene u donjem dijelu kolone za potpuno izdestiliranje komine i o postotku tekućih oduzimajućih sredstava na tim pločama.

S druge strane dolaze u gornji dio kolone pare, čiji se sastav približuje sastavu



ternerne mješavine vode-alkohola-oduzimajućeg sredstva. Ove se pare kondenziraju i zatim dovode do razlučne posude. Donji sloj, koji je bogat vodom i alkoholom, teče stalno natrag u odelj glave kolone, gdje alkoholični stepen pare do prilici odgovara onomu donjeg sloja.

Gornji dekantirani sloj vraća se u cijelosti natrag u gornji dio glavne kolone.

Dobivanje alkohola vrlo visokog stepena u jednoj prikladnoj zoni kolone, tj. takvog alkohola, čija alkoholna sadržina nadmašuje onu, koja se dobiva običnim rektificiranjem, kako je gore izloženo, čini se u jednu ruku paradoksnim, pošto se voda odvaja ne samo u donjem dijelu, kolone (zona br. 1), već i na njenom vrhu (zona br. 3). Ne upuštajući se u razglabanje tehnički zamršenih pojedinosti, valja spomenuti, da se ta činjenica objašnjava time, što se onde, gdje se nalazi tekuće oduzimajuće sredstvo, voda diže brže prema gornjem dijelu kolone, nego što je dovedena iz alkoholnih para, koje se dižu iz donjeg dijela kolone.

Da se dobije alkohol potpuno slobodan od vode, dovoljno je, da se vrela tekućina dovede na dna, gdje se nalazi visokostepeni alkohol, koji je razređen sa ne odveć velikom količinom oduzimajućeg sredstva (između zona 2 i 3) i da se ista zatim dovede u jednu kolonu sa dnima, grijanim na površini, gdje se ista pomoću destilacije oslobodi od male količine vode i oduzimajućeg sredstva.

Pošto općenito istjerivanje alkohola iz kolone u zoni 1 iziskuje više pare, nego li rektificiranje u zonama 2 i 3, može se to iskoristiti u svrhu, da se dodatna kolona besplatno sasvim ili djelomično ugrije time, što se vodene pare alkohola dovode natrag do glavne kolone.

Kada se radi sa kominom slabe alkoholne sadržine, pri čemu je za destilovanje potrebna veća množina pare, uputno je, da se montira dodatni kondenzator u visini zone 2. Time je omogućeno, da se reducira hladiva ploha glavnog kondenzatora, koji radi pod manje povoljnim uvjetima, jer je latentna toplinska množina oduzimajućeg sredstva neznatna, a temperatura na vrhu glavne kolone niža od temperature alkohola. U slučaju upotrebe dodatnog kondenzatora može kondenzat ulaziti natrag u glavnu kolonu u visini zone 2, ali isto tako može se kondenzat uvoditi sasvim ili djelomično u zonu 3. Time se pojačava radni kapacitet glavne kolone u pogledu stepena deshigracije.

Postupak je upotrebljiv za deshigriranje s istodobnim rektificiranjem alkohola pomoću sredstava, koja se običavaju upo-

trebljavati kod obične rektifikacije te pomoću sredstava, koja su opisana u francuskim patentima broj 614.913 i 617.042 firme prijaviteljice.

Za dobivanje vrlo čistog alkohola ne dostaju obe operacije, jer one ne omogućuju potpuno odstranjenje nečistoća, koje sa alkoholom tvore jednu azeotropičnu mješavinu. U tom slučaju uputno je, da se prethodno komina ili razređena alkoholna otopina niskostepenasto očisti u svrhu, da se time potpuno odstrane sve takove nečistoće i da se dobije od vode slobodni, praktično čisti te organo-leptički neutralni alkohol.

Novi postupak može se u cijelosti ili djelomično izvesti kod tlaka različitog od atmosferskog tlaka.

Na osnovu slijedećeg primjera izvedbe te narcta poblizje ćemo objasniti pronalazak:

U jednu glavnu kolonu 1 uvada se kroz 16 komina od kojih 5° G. L., koja se u danom slučaju što više ugrije u 17 pomoću vrelih pomija, koje izlaze iz kolone kod 18. Kolona se ponajprije grije pomoću množine pare, koja je potrebna za destilovanje alkohola iz kominu računajući kojih 300 kg. na 1 hl alkohola. Alkohol sadržan u kominu koncentrira se u gornjim klijetkama kolone, a pare dovode oduzimajuće sredstvo, na pr. mješavinu od benzola i specijalnog benzina do vrenja u gornjem dijelu kolone (zona br. 3). Regulatornom slavicom 2 dovodi se u kondenzator 3 jedan dio alkoholne pare u svrhu, da se odtereti kondenzator 4, koji radi pod nepovoljnijim uslovima. Temperatura na vrhu kolone iznosi 65° umjesto 78°. Alkohol kondenziran u kondenzatoru 3 teče natrag u glavnu kolonu dijelom kroz cijev 5, a dijelom kroz cijev 6.

Pare kondenzirane u 4 tvore jednu tekućinu, koja se odvaja u dva sloja. Gornji sloj vraća se kroz 7 na vrh kolone a donji sloj kroz 8 u srednji dio kolone.

Sa tekućim dodatnim sredstvom pomiješani alkohol stizava kroz vod 9 sa temperaturom od 72—73° u pobočnu kolonu 10, koja se na površini grije djelomično sa alkoholnim parama, koje kod 13 struje iz glavne kolone u evaporator 11, a djelomično sa svežom parom, koja radi u serpentinu 12. U 11 kondenzirane alkoholne pare vraćaju se kroz 13a natrag u glavnu kolonu. Na donjem dijelu pobočne kolone 10 izlazi kroz cijev 14 deshigrirani alkohol oslobođen od dodatnog sredstva, koje se neprekidno vraća u mješavinu sa malo vode i alkohola kroz cijev 15 natrag u glavnu kolonu. Prema tomu iz aparature ne izlazi ništa drugoga, nego li samo apsolutni alkohol kod 14 te pomije kroz 18.



Predležeci pronalazak upotrebljiv je za vodene otopine organskih tekućina, koje se daju teško deshidrirati, jer se u vodi lahko tope i s ovom daju mješavinu sa minimalnim vrelištem kao izopropilni i propilni alkohol, glykolklorhydrin itd.

Jednostavnosti radi opisan je postupak sa jednom jedinom glavnom kolonom. Može se naravno upotrebiti i više kolona, pod pretpostavkom, da sve te kolone rade pod analognim uslovima kao jedna jedina kolona.

#### Patentni zahtjevi:

1. Postupak za neprekidno dobivanje organskih tekućina iz vodenih otopina — n. pr. alkohola iz zrelih komina ili razredjenog alkohola — uz istodobnu primjenu obične i azeotropičke destilacije, naznačen time, što se toplina sadržana u parama, koje izlaze iz dijela aparature, određenog za koncentraciju alkohola, potpuno i neposredno pomoću tih para prenosi na dio aparature, gdje radi oduzimaće sredstvo, i što se alkohol sa višom koncentracijom, nego li je ona azeotropičke mješavine vode-alkohola, dobiva između dva gore spomenuta dijela aparata.

2. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se prema postupku dobiveni visokostepeni alkohol deshidrira i oslobodi od zadnjih tragova oduzimaćeg sredstva pomoću prikladnih sredstava, na pr. u jednoj pobočnoj koloni.

3. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se radi u jednoj destilacionoj koloni sa dnima, koja su puni sa niskostepenim alkoholom između jedne zone za destiliranje i jedne zone za koncentriranje, te što se u toj koloni ispod zone, gdje radi oduzimaće sredstvo, i iznad zone za koncentriranje alkohol dovodi na višu alkoholnu koncentraciju, nego li ju imade azeotropička mješavina vode-alkohola.

4. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se istodobno provodi čišćenje alkohola na po sebi poznati način.

5. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se proces sasvim ili djelomično vrši uz tlak različit od atmosferskog tlaka.

6. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se gornji sloj dekantiranog kondenzata vraća natrag u gornji dio glavne kolone i što donji sloj teče natrag u odio glavne kolone, u kojem sadržina alkohola po prilici odgovara sadržini donjeg sloja.

7. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se para vuče iz dijela kolone, gdje se nalazi visokostepeni alkohol, nadalje time, što se para kondenzira i kondenzat u cijelosti ili djelomično vodi natrag u odjel, koji sadržaje oduzimaće sredstvo ili u odjel kolone, koji sadržaje visokostepeni alkohol.

8. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se pobočna kolona u cijelosti ili djelomično grije pomoću alkoholnih para, dobivenih u koloni za destiliranje.

9. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se kondenzat pobočne kolone u cijelosti ili djelomično vodi natrag na istu odnosno u cijelosti ili djelomično na glavnu kolonu.

10. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se može primjeniti na vodene otopine organskih tekućina, koje se pomoću poznatih sredstava daju teško deshidrirati, jer one sa vodom daju mješavinu sa minimalnim vrelištem, kao izopropilni alkohol, propilni alkohol, glykolklorhydrin.

11. Naprava za izvršenje postupka po zahtjevu 1, sastojeća se iz jedne destilacione kolone sa dnima sa pripadnim dijelovima za rad s oduzimaćim sredstvima, za stvaranje i dekantiranje ternernih mješavina, naznačena time, što su predviđeni uređaji za punjenje početnog materijala, za ekstrahiranje i otjecanje tako, da se kolona sastoji od tri redom slijedećih zona: zone za destiliranje, zone za koncentriranje alkohola i zone za azeotropičku destilaciju, s izmjenjivačima topline i tekućine između pojedinih zona.









