

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5).

IZDAN 1 JUNA 1940

PATENTNI SPIS BR. 15684

Les Usines de Melle, Saint - Léger - lès - Melle (Deux - Sèvres), Francuska.

Postupak za dobijanje glicerina iz tekućina, koje ga sadrže.

Prijava od 25 februara 1939.

Važi od 1 jula 1939.

Pravo prvenstva od 17 maja 1938 (Francuska).

Poznato je da se glicerina nalazi kao otopina u raznim industrijskim ostacima, a naročito u moštu glicerinskih vrenja, gdje je izmiješan sa znatnim količinama nečistoća, čije prisustvo znatno otežava problem njegova izdvajanja u čistom stanju, čak i onda, ako se ovake glicerinske tekućine podvrgnu prethodnom čišćenju.

Ipak je bio predložen izvjesan broj metoda za odjeljivanje glicerina, bilo destilacijom, ili izvlačenjem pomoću otapala.

Izdvajanje destilacijom izvodi se obično polazeći od glicerinoznih tekućina, koje su prethodno koncentrovane na stanje sirupa. Ovaj se način najradije upotrebljava za preradu tekućina iz sapunara.

Naprotiv, ako se radi o preradi mošta glicerinskih vrenja ili ostataka alkoholnih vrenja, onda se rade upotrebljavaju metode izvlačenja pomoću otapala.

Ipak do danas nisu postupci izvlačenja dali zadovoljavajuće rezultate pošto preporučena sredstva ili su bila vrlo loša otapala glicerina, pa je u tom slučaju trebalo upotrebiti tolike količine otapala, da postupak nije više bio isplativ za industriju; ili pak otapala rastapaju lako glicerina, ali istovremeno istom lakoćom izvlače i nečistoće. U ovom posljednjem slučaju nalazi se dobiveni glicerina u neupotrebljivom obliku, neprikladnu za rektifikaciju pomoću destilacije.

Predmet predležeceg pronalaska je postupak, koji omogućuje izvlačenje glicerina na vrlo lak način. Uglavnom se sastoji

u primjeni selektivnih otapala, kao sredstava za izvlačenje, koja sačinjavaju smjese iz jednog tijela velikog afiniteta prema glicerinu i iz jednog tijela, koje nije otapalo; svrha ovog drugoga je da umanjuje moć otapanja prvog tijela, koje bi, kad bi se upotrebljavalo samo, izvlačilo skupa s glicerinom i nečistoće; tijelo, koje ne otapa, čini dakle smjesu selektivnom.

Firma prijaviteljica je pronašla da ovake smjese predstavljaju izvanredna otapala glicerina i to radi toga, jer, iako obilno otapaju glicerina, malo rastapaju nečistoće. Ovako dobiveni glicerina ima kvalitetu, koja odgovara kvaliteti trgovačkog glicerina, pa se može lako dalje rafinirati na poznate načine.

Između mnogih upotrebljivih smjesa zgodno je da se radi ugodnog potpunog dijeljenja odaberu one, čiji sastavi dijelovi tvore međusobno azeotropne smjese sa minimalnom tačkom vrelišta, te čija je temperatura vrenja što moguće niža, a najbolje ispod 65°. Prema tome je korisno da se za smjese odaberu razmjeri sastavnih dijelova takvi, da odgovaraju razmjerima azeotropa. To je preporučljivo tim više, što se u većini slučajeva upravo takvom proporcijom postizava maksimum selektivnosti smjese.

Upotreba kombiniranih otapala, koja je predmet predležeceg pronalaska, ima nadalje i tu prednost, da se zahvaljujući svojoj niskoj tački ključanja lako dijele, jednostavnim zagrijavanjem, od izvučenog

glicerina i također od sirovine, iz koje je izvučen već sav glicerol.

Među smjesama otapala, koje odgovaraju gore navedenim uvjetima, treba u prvom redu spomenuti smjesu od jednakih dijelova metilnog alkohola i trihloretilena. Ova smjesa, čiji razmjer odgovara razmjeru azeotropa, što ih čine ova dva tijela, ključa kod 60,2°. Također se s uspjehom može upotrebiti smjesa od 20,5% teže alkohola metilnog i 79,5% ugljenog tetrahlorida (azeotrop koji ključa kod 60,7°).

Premda gornje dvije smjese daju naročito povoljne rezultate, predležeci pronalazak nije ograničen samo na njihovu upotrebu, pa se može, a da se ne izade iz okvira pronalaska, upotrebiti i druge smjese otapala, uz uvjet da one posjeduju ranije spomenute karakteristike. Tako daje zadovoljavajuće rezultate smjesa iz 82% težine oksida izopropila i 18% metilnog alkohola, koja ključa kod 57°.

Slijedeći primjeri, koji ne ograničuju pronalazak, objasniće kako se pronalazak može upotrebiti u praksi:

Primjer I:

Mošt glicerinoznog vrenja, koji je prethodno doveden u anhidrično stanje, metne se u aparat za ekstrakciju, poznatog tipa, koji je providen uređajem za grijanje.

U tom aparatu cirkulira taj mošt u prosturuju prema smjesi jednakih volumena metilnog alkohola i trihloretilena, t. j. smjesi čiji sastav odgovara sastavu azeotropa. Otapalo, koje se odvodi na dnu sprave i koje je opterećeno glicerolom, šalje se u srednji dio jedne destilacione kolone, koja je grijana po površini. U vrhu kolone se hvata azeotropna smjesa metilnog alkohola i trihloretilena, koja ključa kod 60,2°. Ova se smjesa šalje kontinuirano natrag u izvlačilo, dok se izvučeni glicerol sabire na dnu kolone u praktički bezvodnom stanju.

Luženje glicerinoznog produkta proljeđuje se sa smjesom otapala sve dok se ne izvuče sav glicerol.

Zatim je dovoljno da se iscrpeni produkt podvrgne lakom zagrijavanju, pa da se time ponovno dobije čitavo otapalo, koje je ostalo izmiješano sa tim produktom u spravi za izvlačenje.

Primjer II:

Ostaci alkoholnih vrenja se najprije koncentriraju u sirupno stanje, koje je određeno na primjer gustoćom od 1,4.

Zatim se sirupu doda jedna inertna apsorpciona materija, anorganska ili organska, kao što je na primjer drvena pilovina, treset, vapno, drveni ugalj itd. i to u količini da napravi masu prhkom i šupljikavom. Iza kako inertna materija upije sirup zgodno je da se prhka masa provede kroz jedno sušilo, poznatog tipa, da bi se iz nje odstranili posljednji ostaci vode.

Osušena materija se zatim preraduje u jednakom aparatu kao u primjeru I i to pomoću azeotropne smjese metilnog alkohola i ugljenog tetrahlorida, koja vrije kod 55,7°.

Kad se izvuče sav glicerol iz mase, ona se oslobodi od otapala, kojim je natopljena, lakim zagrijavanjem, iza kojega slijedi vitlanje pomoću zraka. Na ovaj način dobivena potpuno suha materija može se direktno upotrebiti za tovljenje ili gnojenje, ili se dalje preraduje radi dobivanja soli, koje sadrži.

Ranije spomenuta gornja granica od 65° za tačku ključanja azeotropa ne suzuje doseg pronalaska. Ipak je prijaviteljica pronašla da svojstva otapala postaju brzo mnogo manje prikladna za ovu svrhu, ako se upotrebe smjese, koje ključaju kod temperature iznad ove granice.

Patetni zahtjevi:

1. Postupak za dobivanje glicerina iz tekućina, koje ga sadrže, naznačen time, što se upotrebljava smjesa sa selektivnom moći otapanja, koja sadrži jedno tijelo velikog afiniteta prema glicerinu i jedno tijelo koje ne otapa.

2. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se za smjesu uzimaju sastavni dijelovi, koji međusobom tvore azeotropnu smjesu sa minimalnom tačkom ključanja.

3. Postupak po zahtjevu 1 i 2, naznačen time, što se izaberu takvi sastavni dijelovi za smjesu, da temperatura ključanja smjese ne prelazi 65°.

4. Postupak po zahtjevima 1—3, naznačen time, što se sastavni dijelovi smjese upotrebe u razmjeru, koji odgovara razmjeru azeotropa.

5. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se kao otapalo upotrebljava smjesa alkohola i ugljenog hlorida.

6. Postupak po zahtjevu 1, naznačen time, što se produkt, koji se podvrgava ekstrakciji, sastoji iz jedne inertne materije, koja je natopljena koncentrovanim glicerolnim sirupom.