

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZASTITU

Klasa 6 (5)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Oktobra 1930.

PATENTNI SPIS BR. 7378

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

Neprekidni postupak za dobijanje sirćetne kiseline u bezvodnom stanju, polazeći od njenih vodenih rastvora.

Prijava od 10. septembra 1928.

Važi od 1. marta 1930.

Traženo pravo prvenstva od 10 septembra 1927. (Francuska).

Poznato je, da se sirćetna kiselina može dobiti iz njenih vodenih rastvora mešanjem sa isparljivim rastvaračima, koji su slabo rastvorljivi u vodi, kao sumporni etar, etil-acetat itd. Dovoljno je zatim, da ispari isparljiv rastvarač, koji je, bio upotrebljen za odvajanje smeše i da se dobije kao ostatak sirćetna kiselina u stanju više ili manje koncentrisanom, prema upotrebljenom načinu rada. Nezgodna ovog postupka je u tome, što zahteva isparavanje velike količine izabranog rastvarača.

Predloženo je takođe, da se postupaju kiseli vodeni rastvori pomoću rastvarača sa visokom tačkom ključanja. Sirćetna kiselina prolazi u rastvoru kroz sloj rastvarača, iz kojeg se odvaja docnije destilacijom, a kiselina prolazi kao glavni proizvod. Data je temperatura od 150° kao minimalna tačka ključanja da se usvoji za rastvarač, da bi se dopustilo lako odvajanje kiseline, ali uopšte proizvodi imaju temperaturu ključanja mnogo višu. Takođe ovaj način ima nezgodu, što traži visoke temperature grejanja ili upotrebe naprazno, i što ne dovodi do toga, da se dobije kiselina dosta čista. Pored toga moć izvlačenja teških rastvarača za sirćetnu kiselinu u opšte je veoma slaba, što smanjuje isto tako korist od ove metode.

Predmet ovog pronalaska je postupak za dobijanje sirćetne kiseline, dopuštajući upo-

trebu rastvarača sa srednjom tačkom ključanja, t. j. imajući tačku ključanja višu od tačke ključanja sirćetne kiseline, ali nižu od 150° .

Do sada ova vrsta rastvarača nije upotrebljena industrijski i nasuprot ekstrakci- one moći dovoljno korisno, koju uopšte ima zbog rđavih rezultata, koji se dobijaju prilikom odvajanja kiseline. Zaista, kada se posle faze ekstrakcije, htela odvojiti destilacijom sirćetna kiselina od njenog rastvarača, ovaj je destilisao u isto vreme kad i kiselina, čak i kada je ova destilacija bila upotrebljena prečišćavanjem u vezi sa obilnim kretanjem u nazad, koji iziskuje prema tome veliku potrošnju pare.

Prijavioci su našli uz saradnju g. Guinot-a, da su teškoće odvajanja kiseline i rastvarača proizlazile gotovo isključivo zbog prisustva male količine vode u smeši ($0,5$ do 3%), koja je, u trenutku destilacije pro- uzrokovala sa rastvaračem obrazovanje smeše sa minimalnom tačkom ključanja. Izbacivanjem ove male količine vode, da bi se radilo u anhidroj smeši, vrši se lako odvajanje kiseline i rastvarača pod jednim uslovom, da rastvarač bude izabran između tečnosti, koje ne daju azeotropsku smešu sa sirćetnom kiselinom.

Po ovom pronalasku izvedeno je uklanjanje vode pomoću tečnosti pomoćnog povlačka, koja je nerastvorljiva ili malo

rastvorljiva u vodi, a dovoljno isparljiva, da bi se azeotropna smeša, koju ona obrazuje sa vodom, ponašala kao glavni proizvod u odnosu na smešu sa minimalnom tačkom ključanja koja se obrazuje iz vode i rastvarača, upotrebljenog za ekstrakciju. Tečnost povlakač može se dodati rastvaraču pre ekstrakcije, ako postoji pogodna akcija na ovu ili posle ekstrakcije u protivnom slučaju.

Može se takođe izvršiti dehidratiranje pomoću pomoćnog povlakača upotrebljujući tehniku već opisanu za dehidratiranje sirćetne kiseline i običnog alkohola pomoću azeotropskih metoda. Pošto je dohidratirana smeša kiseline i rastvarača, odvaja se kiselina u stubu za destilisanje poznatog modela; kiselina prolazi po vrhu u anhidrom stanju, a rastvor je odvojen na dnu stuba i može biti ponovo upotrebljen za ekstrakciju.

Rastvarač sa srednjom tačkom ključanja, kao i pomoćna tečnost-povlakač, mogu biti čisti proizvodi ili smeše.

Postupak se može primeniti ne samo na čiste vodene rastvore sirćetnih kiselina, već i na rastvore, koji sadrže mineralne soli ili čak i izvesne organske materije. Dovoljno je smišljeno izabrati rastvarač sa srednjom tačkom ključanja, koji se rastvarač upotrebljava za ekstrakciju. Na taj način mogu se lako tretirati sirćetne vode, koje proizlaze od acetata celuloze. Ove vode sadrže u rastvoru soli i celuzne materije. Za vreme ekstrakcije ove materije se talože, čim se kiselina ne nalazi više u dovoljnoj količini, ali one se ne rastvaraju u agensu za ekstrakciju, i sakupljaju se na površini pri odvajanju iscrpljenog vodenog rastvora i rastvarača. Tada je lako izbaciti ih ma kakvim mehaničkim sredstvom.

Sirćetna kiselina, koja se nalazi u sudu 1 i amil-acetat, koji ključa na 138–140°, upotrebljen kao rastvorno sredstvo, koje se nalazi u sudu 2, proliću suprotnim to-

kom kroz stub za ekstrakciju 3. Rastvor, oslobođen svoje kiseline, izlazi kroz cev 4, dok smeša kiseline i amil-acetata, sadržavajući malo vode, ističe kroz cev 5 i ulazi u stub za dehidratiranje 6 zagrevan površinski i snabdeven naročitim napravama: kondenzator 7, pretakač 8. Dehidratiranje se vrši upotrebljujući etil-acetat kao telopovlakač, koje sa vodom obrazuje azeotropsku smešu, koja ključa na 70,5°, koja se kondenzuje u spravi za hlađenje 7 i odvaja se u dva tečna sloja u pretakaču 8. Gornji sloj, koji sadrži etil-acetat, ponovo je isposlat u 16 u gornji deo stuba 6. Voda se ekstrahira pomoću cevi 9, dok anhidra smeša kiseline i rastvarača teče iz stuba 6 kroz cev 10, odakle ulazi na mestu 17 u stub 11 za običnu destilaciju, zagrevan po površini, koji je snabdeven svojim kondenzatorom 12. Anhidra kiselina se ekstrahira kroz cev 13, a obnovljeni rastvarač kroz cev 14. Ova kiselina se nedređeno ponovo upotrebljava, pošto se rashladi najbolje sa hladnom tečnošću, koja snabdeva stub 6.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za odvajanje sirćetne kiseline u anhidrom stanju od njenih vodenih rastvora, u kome se rastvor sirćetne kiseline crpi metodičnim načinom, neprekidnim ili prekidnim pomoću rastvarača, nerastvorljivog ili malo rastvorljivog u vodi, i koji obrazuje azeotropsku smešu sa anhidrom kiselinom, naznačen time, što se dehidratirše tako iscrpena smeša sirćetne kiseline i rastvarača pomoću tečnosti — pomoćnog povlakača etil acetata koja se vodom daje smešu sa malo povećanom minimalnom tačkom ključanja.

2. Postupak po zahtevu 1 naznačen time, što se uzimaju rastvarači sa tačkom ključanja većom od tačke ključanja sirćetne kiseline, ali manjom od 150°.

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 5 (37)

Datum 1. Decembra 1930.

PATENTNI SPIS BR. 7536



