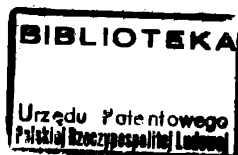




c12c 41/00



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44512

Kl. 6 b, 16/02

Bardeckie Zakłady Celulozowo – Papiernicze*)
Przedsiębiorstwo Państwowe

Bardo k.Kłodzka, Polska

Sposób oczyszczania surowych fuzli posiarczynowych

Patent trwa od dnia 23 stycznia 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania surowych fuzli posiarczynowych.

Surowe fuzle otrzymywane jako produkt uboczny przemysłu spirytusowego zawierają wyższe alkohole alifatyczne, które mają szerokie zastosowanie w szeregu gałęziach przemysłu jako cenne rozpuszczalniki, specjalne czynniki ekstrakcyjne, a zwłaszcza jako surowce do przeprowadzenia syntez organicznych. Stwarza to duże zapotrzebowanie na te wyższe alkohole alifatyczne, których cena jest stosunkowo wysoka i kilkakrotnie przewyższa cenę rektyfikowanego etanolu.

Przemysł spirytusowy, który jest podstawową bazą fuzli, produkuje je w ilościach stosunkowo małych i nie pokrywa całego zapotrzebowania przemysłu na otrzymywane z tych fuzli wyższe

alkohole alifatyczne. Poza tym istnieje cały szereg gałęzi przemysłu, w których dotychczas wyższe alkohole alifatyczne nie mają zastosowania jedynie ze względu na ich stosunkowo wysoką cenę, np. do wzbogacania rud metali kolorowych na drodze flotacji.

Przemysł celulozowy podczas produkcji celulozy siarczynowej otrzymuje znaczne ilości ługów posiarczynowych, z których na drodze fermentacyjnej wytwarza się etanol. Podczas rektyfikacji surowego etanolu otrzymuje się, jako produkt uboczny, surowe fuzle posiarczynowe.

Surowe fuzle posiarczynowe nie nadają się bezpośrednio do otrzymywania z nich cennych wyższych alkoholi alifatycznych, albowiem zawierają zanieczyszczenia w postaci związków siarkowych, związków terpenowych, kwasów i estrów organicznych oraz fenoli. Na skutek obecności owych zanieczyszczeń w surowych fuzlach posiarczynowych, a przede wszystkim związków siarkowych i terpenowych, nie można z nich na drodze destylacji, nawet na wyso-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr inż. Mieczysław Bułaka, mgr inż. Bogdan Burczyk, mgr inż. Jan Pospolita i mgr inż. Stanisław Witek;

kosprawnych urządzeniach frakcjonujących o zdolności rozdzielczej powyżej 50 pól teoretycznych, otrzymywać koncentratów poszczególnych alkoholi alifatycznych w dostatecznie czystej postaci, wymaganej przez odpowiednie normy resortowe.

Redestylacja powyższych koncentratów alkoholowych nie polepsza ich jakości to znaczy nie uwalnia ich od zanieczyszczeń związkami siarkowymi i terpenowymi, które posiadają bardzo zbliżone temperatury wrzenia i destylują wspólnie z wyższymi alkoholami alifatycznymi, a które nadają tym ostatnim specyficzny, przykry zapach.

Stwierdzono, że z surowych fuzli posiarczynowych otrzymuje się olej fuzlowy posiarczynowy, z którego otrzymuje się znanymi metodami wyższe alkohole alifatyczne o wymaganej czystości, przez należyte jego oczyszczenie.

Sposób według wynalazku polega na tym, że surowe fuzle posiarczynowe destyluje się na mało sprawnej kolumnie rektyfikacyjnej (około 10 PT) w celu oddzielenia frakcji alkoholowych od wysoko wrzących składników fuzli, zwłaszcza związków terpenowych. Uzyskany destylat traktuje się następnie środkami utleniającymi, np. podchlorynem sodowym, w celu utlenienia lotnych związków siarkowych o bardzo przykrym zapachu, w związki nielotne, a przy tym pozbawione tego przykrego zapachu.

Na pozbawioną już lotnych związków siarkowych oraz większej części związków terpenowych frakcję alkoholową działa się następnie w podwyższonej temperaturze stężonym kwasem siarkowym, w celu spolimeryzowania lotnych związków terpenowych na nielotne związki politerpenowe. Po spolimeryzowaniu lotnych związków terpenowych, masę reakcyjną zobojętnia się bezwodnym węglanem sodowym do uzyskania $\text{pH} = 7,5 - 7,0$ a wreszcie oddziela się od wykrystalizowanego siarczanu sodowego przez odsączenie. W czasie zobojętniania kwasu siarkowego węglanem sodowym, następuje rozkład estrów oraz zobojętnienie kwasów organicznych i fenoli, których wytworzone sole sodowe są nielotne.

W końcu zobojętnioną masę reakcyjną oddestylowuje się od nielotnych związków i otrzymuje oczyszczony już olej fuzlowy, z którego otrzymuje się wyższe alkohole alifatyczne znanymi metodami.

Do utleniania lotnych związków siarkowych używa się korzystnie wodny roztwór podchlorynu sodowego o stężeniu chloru 50 — 75 g/l w

ilości 5 — 10% wagowych w stosunku do masy frakcji alkoholowej. Ilość dodawanego podchlorynu jest zależna od zawartości związków siarkowych.

Polimeryzację lotnych związków terpenowych destylującą z wyższymi alkoholami alifatycznymi przeprowadza się za pomocą 95%-owego kwasu siarkowego w temperaturze 40 — 50°C, wziętego w ilości 5 — 10% wagowych w stosunku do masy frakcji alkoholowej. Proces polimeryzacji trwa 12—18 godzin przy ciągłym mieszaniu.

Do zobojętnienia masy reakcyjnej używa się bezwodnego węglanu sodowego wziętego w takiej ilości, aby uzyskać wartość pH masy reakcyjnej = 7,0 — 7,5.

Z posiarczynowych olejów fuzlowych oczyszczonych sposobem według wynalazku po ich przeróbce znanymi metodami, otrzymuje się koncentraty poszczególnych wyższych alkoholi alifatycznych, otrzymywanych z olejów fuzlowych innego pochodzenia.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania surowych fuzli posiarczynowych, znamienny tym, że surowe fuzle posiarczynowe najpierw destyluje się, w celu oddzielenia od wyżej wrzących związków terpenowych, destylat alkoholowy traktuje środkami utleniającymi, w celu utlenienia związków siarkowych, następnie na masę reakcyjną działa stężonym kwasem siarkowym, w celu spolimeryzowania lotnych związków terpenowych, a po spolimeryzowaniu lotnych związków terpenowych masę reakcyjną zobojętnia się bezwodnym węglanem sodowym, do wartości $\text{pH} = 7,0 - 7,5$, po czym po odsączeniu wykrystalizowanego siarczanu sodowego oddestylowuje się oczyszczony olej fuzlowy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako środek utleniający związki siarkowe, stosuje się wodny roztwór podchlorynu sodowego o stężeniu chloru 50—75g/l.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że polimeryzację lotnych związków terpenowych przeprowadza się stężonym kwasem siarkowym w temperaturze 40—50°C.

Bardeckie Zakłady Celulozowo-Papiernicze
Przedsiębiorstwo Państwowe

Zastępca: mgr inż.: Aleksander Samujłło,
rzecznik patentowy