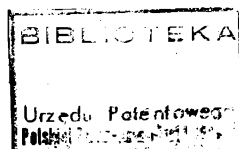


URZĄD PATENTOWY



C10c 5/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 8068.

Kl. 12 o 12.

Hermann Suida
(Mödling, Austria).

Sposób i urządzenie do wytwarzania stężonego kwasu octowego z surowego lub rozcieńczonego wodą octu drzewnego.

Zgłoszono 1 lipca 1926 r.

Udzielono 29 listopada 1927 r.

Pierwszeństwo: 13 lipca 1925 r. (Austria).

Z dawniejszych prac wynalazcy znany jest sposób stężania kwasu octowego, polegający na tem, że kwas octowy wyciąga się z przegrzanej mieszaniny kwasu octowego i pary wodnej, zapomocą środków wyciągowych (ekstrakcyjnych), które są w wodzie nierozpuszczalne i których temperatura wrzenia przewyższa znacznie temperaturę wrzenia kwasu octowego. Para wodna, uwolniona od kwasu octowego i uchodząca z aparatu unosi część środka ekstrakcyjnego, bo większa część środków wyciągowych, mogących mieć zastosowanie w tym procesie, ulatnia się wraz z parą wodną. Chcąc odzyskać środki wyciągowe, zawarte w parze wodnej, wprowadzono ją

po skropleniu do rozdzielacza, w którym środek wyciągowy oddzielał się częściowo od wody, resztę środka wyciągowego, zawartego jeszcze w wodzie wydziela się potem przez specjalną ekstrakcję zapomocą innego rozpuszczalnika, który musi być nierozpuszczalny w wodzie, lecz musi mieć wielką zdolność rozpuszczania środka wyciągowego. Dla odróżnienia nazywam krótko „rozpuszczalnikiem” środek wyciągowy, służący do wyciągania z wody środka wyciągowego, który służył do stężania kwasu octowego. Jako środki wyciągowe do stężania kwasu octowego mogą służyć: związki aromatyczne, zawierające grupy wodorotlenowe, więc przedewszystkiem fenole i ich

mieszaniny, jak np. krezole, wielowartościowe fenole, zwłaszcza w postaci eterów (gwałtowność i homologii) i t. d. (zobacz patent Nr 4771 z 26.I.25). Jako rozpuszczalników do wyciągania z wody wyżej wymienionych środków wyciągowych, można używać np. węglowodory o niskiej temperaturze wrzenia, jak benzol, lub mieszaniny węglowodorów jak benzyna, dalej rozpuszczalniki zawierające chlor, jak trójchlorek etylenu, chloroform, czterochlorek węgla, chlorek etylenu i t.d. Po wyciągnięciu z wody środka wyciągowego trzeba go było oddzielać od rozpuszczalnika, np. trójchlorek etylenu. Do tego celu używano destylator, z którego otrzymywało się oddzielnie środek wyciągowy i rozpuszczalnik.

Poniżej podano nowy sposób przeprowadzania opisanych procesów, nie wymagający specjalnego rozdzielania przez destylację mieszaniny środka wyciągowego i rozpuszczalnika, gdyż rozpuszczalnik dodaje się do środka wyciągowego już w czasie ekstrakcji kwasu octowego, wskutek czego z parą wodną, unoszącą część środka wyciągowego, uchodzi też cała zawartość rozpuszczalnika. Następnie nie skrapla się wspólnie wszystkich par wychodzących z kolumny, w której odbywa się ekstrakcja kwasu octowego, lecz pary te przy skraplaniu frakcjonuje się i otrzymuje się w ten sposób kondensat A, zawierający prawie całą ilość wody i środka wyciągowego, a także część rozpuszczalnika, oraz kondensat D, który zawiera czysty rozpuszczalnik i nieco wody, a nie zawiera wcale środka wyciągowego. Jeżeli kondensat A pozostawi się w spokoju, to on się rozdziela na dwie warstwy; jedną z nich jest mieszanina środka wyciągowego z rozpuszczalnikiem i może być wprowadzona bezpośrednio do kolumny, w której ekstrahuje się kwas octowy. Drugą warstwę tworzy woda, zawierająca nieznaczna ilość rozpuszczonego środka wyciągowego, który można odciągnąć, spłukując tę mieszaninę w ko-

lumnii płóczkowej zapomocą kondensatu B. Dalsze szczegóły opisanego procesu będą podane w związku z opisaniem urządzenia, służącego do wytwarzania kwasu octowego nowym sposobem.

Na rysunku przedstawiono przykład wykonania takiego urządzenia.

Mieszanina środka wyciągowego (np. mazi krezolowej) i rozpuszczalnika (np. trójchlorek etylenu) znajduje się w zbiorniku 1 i stąd spływa stale przez kurek 2 do lejka 3, skąd przez syfon 4 dopływa do tryskacza 5, znajdującego się w kolumnie ekstrakcyjnej E, do której od dołu wprowadza się pary rozcieńczonego kwasu octowego.

Rurą 6 uchodzi mieszanina par wody i trójchlorek etylenu z małą domieszką pary krezolu. Pary te wchodzi do dolnej części dodatkowej kolumny Z, w której wewnątrz znajdują się talerze, pierścienie lub podobne urządzenia. Deflegmator D, chłodzony jakąkolwiek cieczą (może służyć zarazem do podgrzewania) dostarcza cieczy chłodzącej do kolumny Z. Ciecz chłodząca dopływa do kolumny Z przez rurę 7 i tryskacz 8. Temperaturę w górnej części kolumny kontroluje się zapomocą termometru T. Chłodzenie kolumny Z reguluje się w ten sposób, żeby przez rurę 9 nie uchodził krezol, lecz tylko trójchlorek etylenu i nieco wody w postaci pary, którą skrapla się całkowicie w chłodnicy K, skąd kondensat bez przerwy odpływa rurą 10.

W kolumnie Z skrapla się prawie bez reszty para wodna i krezol, oraz część trójchlorek etylenu, a kondensat odpływa bez przerwy rurą 11, oziębia się w chłodnicy K₂ (która może służyć jednocześnie jako podgrzewacz) i odpływa dalej rurą 12, która wraz z chłodnicą K₂ służy zarazem jako hydrauliczne zamknięcie kolumny Z. Kondensat z kolumny Z dostaje się rurą 12 do rozdzielacza S, w którym woda sama się rozdziela i odpływa przez wylew 13, podczas gdy gatunkowo cięższa mieszanina

krezolu i tróchlorku etylenu odpływa rurą 14 i przez lejek 3 dostaje się znowu do kolumny ekstrakcyjnej *E*. Ponieważ w kondensacie chłodnicy *K*₂ jest zawarty tróchlorkek etylenu, więc w rozdzielaczu *S* woda oddziela się od krezolu bardzo łatwo. Woda odpływająca przez zlew 13 jest prawie zupełnie czysta, zawiera bardzo niewiele krezolu i praktycznie wcale nie zawiera tróchlorku etylenu. Z całego urządzenia wypływają więc dwa prądy cieczy: pierwszy odpływa rurą 10, zawiera czysty tróchlorkek etylenu, wolny od krezolu z bardzo małą domieszką wody i płynie bez przerwy do zimnej kolumny płóczkowej *W*, gdy dostaje się zgóry przez tryskacz 15; drugi prąd cieczy zawiera czystą wodę z nieznaczną domieszką krezolu, wychodzi ze zlewu 13 i, płynąc rurą 16, dostaje się przez tryskacz 17 do dolnej części kolumny płóczkowej *W*. Ciecz dopływająca od dołu (przez 17) jest gatunkowo lżejsza, więc wznosi się wgórę, a ciecz dopływająca zgóry (przez 15) jest gatunkowo cięższa i opada wdół. W kolumnie płóczkowej *W* następuje zupełne wypłókanie obu cieczy, tak, że górą (przez 18) odpływa zupełnie czysta woda, wolna od krezolu, natomiast rurą 19 odpływa do zbiornika *R* tróchlorkek etylenu nasycony całą ilością krezolu, który znajdował się w wodzie. Pompa *P* czerpie tróchlorkek etylenu z domieszką krezolu ze zbiornika *R*, rurą 20 i rurą 21 tłoczy go znowu do zbiornika 1, zasilającego kolumnę ekstrakcyjną *E*.

Jeżeli się pracuje np. mieszaniną 2 części krezolu i 1 części tróchlorku etylenu, to deflegmator *S* reguluje się celowo w ten sposób, żeby około 50—60% pary tróchlorku etylenu, dopływając do kolumny *Z*, uchodziło rurą 9 i przepływało przez chłodnicę *K*₁ rurą 10 do zimnej płóczki, podczas gdy 40—50% użytej ilości tróchlorku etylenu wraz z parą wodną i porwanym przez nią krezolem skrapla się w kolumnie *Z*, oziębia w chłodnicy *K*₂ i

wprowadza do rozdzielacza *S*. Tróchlorkek etylenu dopływający rurą 10 do zimnej płóczki wystarcza wtedy całkowicie do zupełnego odciągnięcia krezolu, zawartego jeszcze w wodzie, która odpływa z rozdzielacza *S* przez zlew 13.

Jeżeli użyje się wyżej wymienionej mieszaniny nie w stosunku 2:1, lecz w stosunku 1:1, lub 4:1, to wtedy zmienia się odpowiednio procentowy udział czystego tróchlorku etylenu i zmiany te przeprowadza się przez odpowiednie nastawienie deflegmatora *D*, względnie przez odpowiednią regulację temperatury w kolumnie *Z*. Jeżeli zamiast tróchlorku etylenu używa się np. chloroformu, lub czterochlorku węgla, to rozpuszczalniki muszą mieć jeszcze niższą temperaturę wrzenia i wtedy trzeba tylko stosownie zmienić wielkość powierzchni chłodzącej deflegmatora, względnie pojemność kolumny *Z*. Opisane urządzenie można oczywiście zmieniać stosownie do sposobu przeprowadzania procesu.

Opisany proces ma jeszcze inne zalety oprócz tej, że nie potrzeba przeprowadzać destylacji. Mianowicie rozpuszczalnik o najniższej temperaturze wrzenia paruje w górnej części kolumny ekstrakcyjnej *E*, wskutek czego temperatura w tej części kolumny utrzymuje się na niskim poziomie, co wpływa korzystnie na wynik ekstrakcji; zawartość kwasu octowego, zawartego w parze wodnej, opuszczając kolumnę, wynosi zaledwie 0,01%. Ponieważ wraz z parą wodną przedestylowuje się całą ilość użytego rozpuszczalnika, więc ilość użytego rozpuszczalnika, porywanego przez pary, znacznie się zmniejsza, wskutek czego w wodzie pozostaje mniej rozpuszczalnika, więc też można go łatwiej odzyskać niż dotąd. Wreszcie dodatek rozpuszczalnika ułatwia oddzielanie się wody od środka wyciągowego w rozdzielaczu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania stężonego kwasu

octowego z surowego lub rozcieńczonego wodą octu drzewnego, przez ekstrakcję kwasu octowego z przegrzanej mieszaniny pary wodnej i kwasu octowego, zapomocą środka wyciągowego o wysokiej temperaturze wrzenia, znamienny tem, że do środka wyciągowego dodaje się jeszcze rozpuszczalnik o niskiej temperaturze wrzenia, zawierający ewentualnie chlor i nierozpuszczalny w wodzie, a posiadający dużą zdolność rozpuszczania środka wyciągowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że zapomocą dodatkowej kolumny z deflegmatorem rozdziela się mieszaninę wpływającą z kolumny ekstrakcyjnej i zawierającą pary wody „rozpuszczalnika” oraz środka wyciągowego, na składnik łatwiejszy do skroplenia, zawierający prawie wszystką wodę, całą ilość środka wyciągowego i część rozpuszczalnika o niskiej temperaturze wrzenia, oraz składnik trudniejszy do skroplenia, zawierający czysty „rozpuszczalnik” z nieznaczną domieszką wody.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że kondensat zawierający wodę, środek ekstrakcyjny i „rozpuszczalnik” poddaje się osiadaniu, odprowadza się wodę, a resztę zawartego w niej środka ekstrakcyjnego wypłókuje się zapomocą kondensatu, zawierającego rozpuszczalnik i nieco wody,

poczem otrzymany w ten sposób wyciąg, oraz mieszaninę środka wyciągowego i rozpuszczalnika, wydzieloną przez osiadanie, wprowadza się zpowrotem do kolumny ekstrakcyjnej.

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tem, że jako środka wyciągowego używa się mazi krezolowej, a jako „rozpuszczalnika” tróchlorku etylenu.

5. Urządzenie do przeprowadzenia ekstrakcji według zastrz. 1—3, znamienne tem, że składa się z kolumny ekstrakcyjnej (*E*) połączonej rurą odpływową (*6*) z dodatkową kolumną (*Z*), zaopatrzoną w deflegmator (*D*), rozkładający prąd pary na dwie części, z których jedną wprowadza się jako kondensat do rozdzielacza, celem oddzielenia środka wyciągowego i rozpuszczalnika od wody, poczem tę wodę wypłókuje się zapomocą drugiej części pary otrzymanej z deflegmatora (*D*) i skroplonej w chłodnicy (*K*₁), tak że ostatecznie woda, oczyszczona od środka wyciągowego odpływa bez przerwy przez wylew (*18*), a „rozpuszczalnik” i środek wyciągowy (*19*, *R*, *20*, *P*) wracają znowu do kolumny ekstrakcyjnej (*21*, *1*).

Hermann Suida.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

