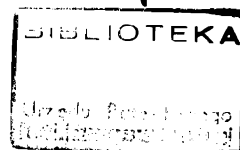


URZĄD PATENTOWY

C 100 5/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26172.

Kl. 12 o, 12.

Walenty Dominik
(Warszawa, Polska).

Sposób otrzymywania stężonego kwasu octowego z surowego octu drzewnego.

Zgłoszono 20 listopada 1935 r.

Udzielono 8 lutego 1938 r.

Dotychczas stosowane sposoby przeróbki surowego octu drzewnego na stężony kwas octowy posługują się często metodą odpędzania wody za pomocą różnych środków, porywających podczas destylacji wodę a zatrzymujących kwas octowy.

Wykonanie tej metody wymaga dużo ciepła, mianowicie należy doprowadzić nie tylko ciepło parowania wody przeznaczonej do usunięcia, ale również ciepło parowania środka porywającego wodę, co wynosi zwykle drugie tyle ze względu na wielkie ilości dodatku czynnika azeotropującego, jakie należy odparować w celu odpędzenia jednego kilograma wody.

Równocześnie trzeba uwzględnić, że nie wszystkie metody stężania wodnych rozтворów kwasu octowego, między innymi np.

opisane w patentach polskich nr nr 8 756, 16 786, nadają się do stężania octu drzewnego, który oprócz kwasu octowego i wody zawiera w znacznych ilościach alkohol metylowy i inne składniki, wpływające na zachowywanie się tej mieszaniny podczas przeróbki.

Niniejszy wynalazek opiera się na spostrzeżeniu, że ilość ciepła potrzebną do przeróbki octu drzewnego można znacznie zmniejszyć, bo nawet o 30%, jeśli się użyje jako środków obezwadniających ocet drzewny takich substancji, które jednocześnie wykazują w porównaniu z wodą dużą rozpuszczalność kwasu octowego a zarazem dają z wodą mieszaniny azeotropowe o stosunkowo wysokim punkcie wrzenia, wyższym od 90°C, co między innymi daje

możność oddzielania spirytusu drzewnego w trakcie przeróbki bez wcześniejszego jego oddestylowywania z pierwotnego roztworu.

Współczynnik podziału kwasu octowego między alkoholem amylovym, jako środkiem obezwadniającym, i wodą wynosi 0,91 : 1,00, a punkt wrzenia mieszaniny azeotropowej, którą daje alkohol amylovym z wodą, stanowi 94°C, przy czym na 1 część objętościową wody destyluje 1,5 części objętościowych alkoholu amyłowego. Dla porównania warto dodać, że do odpędzenia 1 części objętościowej wody trzeba równocześnie oddestylować prawie 10 części objętościowych dwuchloru etylenu, używanego do stężenia octu drzewnego. Podobnie jak alkohol amylovym nadają się takie substancje, jak octan amylovym, cykloheksanon, butyron i środki podobne.

Alkohol amylovym jak i wszelkie inne dodatki, dające z wodą mieszaninę azeotropową, wrzącą powyżej 90°C, mają tę wadę, że posiadają punkt wrzenia wyższy od punktu wrzenia kwasu octowego, co może przedstawiać pewną niedogodność przy dalszym wyosabnianiu kwasu po usunięciu wody. Wobec tego też okazało się rzeczą korzystną, w przeciwieństwie do sposobu opisanego w patencie polskim nr 16 786, doprowadzanie stężenia kwasu octowego za pomocą takich trudno lotnych dodatków nie więcej jak do 60% zawartości kwasu octowego w pozostającym roztworze wodnym, bez uwzględnienia smoły zawartej ewentualnie w roztworze. Dalsze zaś stężenie można przeprowadzić skutecznie przez zwyczajną destylację. Destylat wodny, otrzymany przez rozdzielanie na dwie warstwy skroplin par mieszaniny azeotropowej, zawiera prawie całą ilość spirytusu drzewnego i pewną ilość dodatku czynnika azeotropującego. Oba te składniki rozdziela się łatwo przez destylację dzięki różnicy punktu wrzenia alkoholu metylowego i mieszaniny azeotropowej.

W celu przeprowadzenia procesu niniejszego w praktyce, wydawałoby się rzeczą najprostszą poddać surowy ocet drzewny destylacji i przeprowadzić powstające pary do kolumny, zawierającej krążący w koło zapas substancji azeotropującej. Ponieważ jednak przy takim postępowaniu otrzymuje się pary o składzie zmieniającym się w miarę postępu destylacji, okazało się korzystnym przeprowadzanie procesu wyparowywania octu drzewnego w ten sposób, że ciecz tę wprowadza się równomiernym strumieniem do naczynia, zawierającego spory zapas smoły kotłowej, utrzymywanej przez ogrzewanie w temperaturze wyższej od temperatury wrzenia kwasu octowego (t. j. powyżej 118°C), ażeby całkowita ilość doprowadzanego octu drzewnego prawie natychmiast ulegała wyparowaniu. Oczywiście w ten sposób zapas smoły z biegiem czasu się zwiększa wskutek obecności smółotwórczych składników w occie drzewnym i co jakiś czas należy część tej smoły wypuścić. Pary, wychodzące z kotła zawierającego smołę, wprowadza się do środkowej części kolumny, zasilanej od góry środkiem azeotropującym, powracającym do niej z rozdzielacza. U dołu kolumny znajduje się zbiornik na skropliny smołowo-octowe, zawierające jeszcze wodę, w którym te skropliny przez ogrzewanie pośrednie utrzymuje się w stanie wrzenia odbierając je stopniowo na zewnątrz w celu ewentualnego dalszego oczyszczenia.

Pary wody, dodatku azeotropującego i spirytusu, uchodzące u góry kolumny, skrapla się i wprowadza do rozdzielacza, z którego faza olejowa spływa z powrotem do kolumny, fazę wodną zaś poddaje się ponownej destylacji, w celu rozdzielania na spirytus drzewny, środek azeotropujący i wodę.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania stężonego

kwasu octowego z surowego octu drzewnego przy zastosowaniu destylacji azeotropowej tego produktu w obecności składników, dających z wodą mieszaninę azeotropową, wrzącą pod ciśnieniem atmosferycznym powyżej 90°C , znamienny tym, że w celu usunięcia spirytusu drzewnego oraz przeważnej, ale nie całkowitej ilości wody wprowadza się środek azeotropujący w zetknięcie z parami składników octu drzewnego w kolumnie deflegmacyjnej w stosunku nie wystarczającym do porwania całkowitej ilości wody, lecz tylko takiej jej części, że odpływające u dołu kolumny skropliny zawierają jeszcze poza innymi trudniej lotnymi składnikami octu drzewnego około 40 części objętościowych wody i 60

części objętościowych kwasu octowego, co umożliwia całkowite oddzielenie środka azeotropującego od pozostałości w postaci mieszaniny azeotropowej, wrzącej poniżej 100°C .

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wprowadza się w zetknięcie z środkiem azeotropującym pary składników octu drzewnego, otrzymane przez wyparowywanie tegoż octu, wprowadzanego równomiernym strumieniem do kotła destylacyjnego, zawierającego duży zapas smoły kotłowej, utrzymywanej przez ogrzewanie w temperaturze wyższej od punktu wrzenia kwasu octowego (118°C).

Walenty Dominik.