

8 czerwca 1928 r.

CO16 21/02

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 7507.

Kl. 12 a 3.

Les Nouvelles Industries Chimiques, Société Anonyme
(Bruksela, Belgja).

Sposób otrzymywania azotu i acetonu z wywarów, melasy i podobnych produktów.

Zgłoszono 7 kwietnia 1926 r.

Udzielono 7 maja 1927 r.

Znane są różne sposoby destylacji wywarów w wysokiej temperaturze w celu otrzymywania składników mineralnych, zwłaszcza w postaci węglanu potasowego, azotu w postaci amoniaku i amin cyjanowych i gliceryny, powstającej z przedwstępnej fermentacji melasy.

Nowy sposób postępowania różni się tem od znanych dotychczas i stosowanych w praktyce, że umożliwia równoczesne wytwarzanie znacznych ilości acetonu, olejów acetonowych, oraz związków azotowych, które można otrzymać. Wynik ten osiąga się dzięki działaniu na wywar przy

destylacji w próżni wapna lub zasady ziem alkalicznych.

Zauważono, że przy stosowaniu dostatecznego nadmiaru wapna lub innej zasady ziem alkalicznych, w danym wypadku jednego z węglanów ziem alkalicznych, przez rozkład wywaru w wysokiej temperaturze otrzymuje się nowe produkty i powiększa się wydajność azotu, jak stwierdzają niżej podane przykłady.

Niżej przytoczone dla przykładu destylacje wywaru o gęstości 1,4 oraz 0,45% kwasowości, wyrażonej w H_2SO_4 i zawartości azotu, wynoszącej 3,2%, przeprowa-

dzione w obecności wzrastającej ilości wapna dały następujące wyniki:

Nr Przy- kładu	Ilość do- danego wapna Ca O niegaszo- nego	Aceton	Azot amonia- kalny i ami- nowy, wyra- żony w ilościach azotu
I	Bez	0,0448%	1,4 %
II	2%	0,12%	1,47%
III	10%	0,128%	1,51%
IV	25%	0,379%	1,83%
V	50%	0,71%	2,25%
VI	100%	1,52%	2,51%

Doświadczenia wykazały, że należy przeprowadzać zwęglanie w próżni i przy niskiej temperaturze (najwyżej 500 — 600° C), dla odpowiedniego rozkładu zawartości związków organicznych wywaru i w celu zapobieżenia spalaniu się powstających produktów lotnych. Te dwa warunki osiąga się przez zastosowanie możliwie wysokiej próżni (maksymalnie 60 mm słupa rtęci).

W tych warunkach możliwe było otrzymanie oprócz azotu w postaci amonjaku i amin cyjanowych, znacznej ilości acetonu, olejów acetonowych, łatwo lotnych cieczy organicznych, nierozpuszczalnych w wodzie, smoły bezazotowej, gazów palnych oraz osadów mineralnych, zawierających potaż gryzący.

Dzięki nowemu sposobowi otrzymuje się niżej podane rezultaty:

1) Wzburzenie i obfitą pianę, występującą często w czasie bezpośredniej destylacji melasy, usuwa się przez przedwstępne mieszanie wapna z wywarem skoncentrowanym do 38°Bé w temperaturze 100°C. Podczas przebiegu tej operacji, masa nagrzewa się silnie i pienia; te niedogodności można usunąć, dodając węglanu wapniowego lub pewnej ilości osadu mineralnego pozostałego z poprzedniej operacji.

2) Otrzymaną masę w postaci proszku ładuje się do pieca destylacyjnego, w któ-

rym odpowiedni przyrząd utrzymuje wspomnianą masę w ciągłym ruchu.

3) Produkty z destylacji i gazy oziębia się następnie do temperatury 100—120°C, przepuszczając je przez odpowiednie chłodnice, np. Rashig'a. Smoła kondensuje się bezpośrednio, oddzielając się od azotu.

4) Gazy i pary wychodzące z pierwszej chłodnicy przechodzą przez drugą, która je oziębia do temperatury około 30° C. W chłodnicy tej zbiera się wodny kondensat, zawierający znaczną ilość amonjaku i aminu. Ponadto pod wpływem działania pompy ssącej, kondensat nie jest w stanie pochłonąć w całości lotnych związków azotowych. Można związki te jednak zupełnie zatrzymać w ten sposób, aby produkty lotne były również zupełnie pozbawione azotu, myjąc gazy i pary zapomocą przeciwnego prądu, złożonego z roztworu lekko kwaśnego, np. 10 — 20% kwasu siarkowego. Aby nie powiększać niepotrzebnie masy cieczami z przemysłań, można używać do powyższego celu albo kondensatu wodnego nadmiernie kwaśnego, pochodzącego z poprzednich operacji, lub też wzbogacić płyn, który służył do mycia przy wyjściu z płótki ilością kwasu zobojętnionego przez składniki azotowe podczas przejścia przez płótkę.

5) Wreszcie gazy i pary skierowuje się przed i po wyjściu z pompy próżniowej do odpowiedniego pochłaniacza (np. zawierającego krezol, węgiel aktywny, galaretową krzemionkę i t. d.), gdzie aceton i lotne ciała organiczne zatrzymują się i oddzielają od pozostałych gazów, które doprowadza się do palników i używa do ogrzewania pieców lub do innych celów.

6) Wodny kondensat jak również woda z przepłókiwań, wzięte przy 4°C, łączy się, zakwasza słabym kwasem i zgęszcza przez wyparowywanie do 1,2 — 1,3° Bé. Przez oziębianie krystalizuje prawie całkowita ilość amonjaku pod postacią siarczanu amonowego, podczas gdy solanki nieza-

wierające prawie amoniaku zachowują całkowitą ilość amin (prawie całkowicie trójmetylo-aminę). Wystarcza solanki zalkalizować i podgrzać do temperatury nieco niższej od 100°C, aby wydzieliły się aminy cyjanowe. Solanki te zawierają w jak najmniejszej objętości całkowitą ilość cyjanku azotowego, pochodzącego z wywaru, w postaci metylowych amin w stanie dostatecznie czystym tak, że cyjanizacja odbywać się może w najdogodniejszych warunkach tak ze względu na rozmiar aparatów, jak i zużycia ciepła, przyczem objętość ogrzanych gazów obojętnych zmniejszona jest do minimum. Doświadczenie wykazuje, że działanie cyjanku odbywa się całkowicie poniżej 800°C. Nadto cyjanizacja dokonywa się bez najmniejszej straty węgla.

7) Przez wydobywanie zapomocą wody osadu mineralnego, powstałego podczas nawęglania, otrzymuje się jak największą ilość potażu zwanego potażem gryzącym.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania azotu i acetonu z wywarów, melasy i podobnych produktów zapomocą destylacji w próżni z domieszką wapna, znamienny tem, że w celu odzyskania acetonu i olejów acetonowych, oraz zwiększenia ilości otrzymanego azotu, stosuje się zwyczajną lub cząstkową destylację w próżni, możliwie wysokiej, odpowiadającej maksymalnie 60 mm słupa rtęci, w obecności dużego nadmiaru wapna niegaszonego lub gaszonego tak np., że w czasie traktowania silnego wywaru dodaje się 50 — 100% wapna lub innej zasady ziem alkalicznych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że wywar lub podobny produkt miesza się przed wspomnianą destylacją,

najodpowiedniej w temperaturze około 100°C, z wapnem lub inną zasadą ziem alkalicznych bez domieszki węglanu wapniowego lub innego węglanu ziem alkalicznych.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że lotne związki azotu, tworzące się w czasie destylacji, jak np. amoniak i aminy oddziela się od innych produktów lotnych lub nielotnych, np. od smoły, przez mycie zapomocą roztworu lekko kwaśnego i że następnie odzyskuje się je zpowrotem np. przez krystalizowanie w postaci siarczanów.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że otrzymane związki cyjanowe, jak np. aminy, a zwłaszcza trójmetyloaminę, poddaje się cyjanizacji w temperaturze około 800°C, najodpowiedniej przy silnie zmniejszonej objętości roztworów aminowych, celem umożliwienia działania małą ilością gazów obojętnych w czasie ogrzewania.

5. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że aceton i organiczne produkty lotne zatrzymuje się i oddziela od pozostałych gazów przez zastosowanie odpowiednich pochłaniaczy, np. zawierających krezol lub inne ciała chłonne.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tem, że w celu ostatecznego zużycowania reszty osadów mineralnych, pozostałych z destylacji, osady te poddaje się ekstrakcji zapomocą wody, zwłaszcza w celu odzyskania potażu, szczególnie potażu gryżącego.

Les Nouvelles Industries
Chimiques, Société
Anonyme

Zastępca: Inż. S. Pawlikowski,
rzecznik patentowy.