



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 28.III. 1964 (P 104 159)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 28. IV. 1966

Kl. 12 o, 11

MKP C 07-c

55/06

UKD

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: mgr Władysław Stelmachowski, mgr Jan Jakubowski, mgr Edmund Utecht

Właściciel patentu: Zakłady Chemiczne „Asepta” Spółdzielnia Pracy, Pobiedziska (Polska)

**Sposób odmineralizowania melasu, zwłaszcza w procesie
wytwarzania kwasu szczawiowego**

1

Wynalazek dotyczy sposobu odmineralizowania melasu, przeznaczonego zwłaszcza do produkcji kwasu szczawiowego na drodze utleniania węglowodanów kwasem azotowym.

Przeszkodą do stosowania melasu jako surowca węglowodanowego, na przykład przy produkcji kwasu szczawiowego, są zawarte w nim zanieczyszczenia mineralne (około 10% w przeliczeniu na popiół węglanowy), będące przyczyną występowania w gotowym produkcie znacznych ilości popiołu. Zanieczyszczenia te składają się głównie z łatwo rozpuszczalnych soli potasowych i sodowych kwasów organicznych.

W przypadku wytwarzania kwasu szczawiowego przez utlenianie melasu kwasem azotowym otrzymywano produkt zawierający niekiedy do 10% popiołu, pochodzącego głównie ze szczawianu potasowego i sodowego, co dyskwalifikowało produkt.

Okazało się, że można w prosty sposób usunąć z melasu większość zanieczyszczeń mineralnych. Sposobem według wynalazku zakwasza się melas kwasem siarkowym, aż do osiągnięcia pH 4 — 0,0, korzystnie 2 oraz miesza z niższym, rozpuszczalnym w wodzie alkoholem alifatycznym, zwłaszcza metanolem w ilości 50—100% wagowych w stosunku do ilości melasu. W tych warunkach łatwo rozpuszczalne sole potasowe i sodowe kwasów organicznych przechodzą w trudniej rozpuszczalne siarczany, dające się oddzielić przez filtrację od roztworu alkoholowego melasy.

2

Przesącz poddaje się destylacji w celu oddzielenia alkoholu, a ten ostatni zawraca się do procesu demineralizacji, ewentualnie po przeprowadzeniu dodatkowej rektyfikacji.

Stwierdzono również, że pewne znaczenie ma również kolejność dodawania kwasu siarkowego i alkoholu. Wprowadzenie do melasu najpierw kwasu siarkowego, a dopiero potem alkoholu powoduje powstanie osadu znacznie łatwiej sedymentującego i łatwiejszego do sączenia, niż przy odwrotnej kolejności dodawania.

Odmineralizowany melas zawiera 0,5—1,0% popiołu (w zależności od ilości wprowadzonego podczas demineralizacji alkoholu) i nadaje się doskonale jako surowiec do wytwarzania kwasu szczawiowego przez utlenianie kwasem azotowym.

Dodatkową korzyścią przez zastosowanie sposobu według wynalazku jest otrzymanie pewnych ilości siarczanu potasowego oraz usunięcie części substancji azotowych i tłuszczowych z melasu, zwłaszcza w przypadku użycia wyższych stężeń alkoholu.

Przykład I. Do 1000 kg melasu o zawartości popiołu węglanowego 6,5% dodaje się powoli podczas mieszania stężonego kwasu siarkowego, aż do uzyskania wartości pH = 2 (około 25 litrów stężonego H₂SO₄), a następnie 1250 litrów technicznego metanolu o gęstości 0,8 g/cm³, po czym ponownie miesza się i całość sączy. Osad przemywa się metanolem. Otrzymuje się po wysuszeniu 90 kg osadu składają-

cego się głównie z siarczanu potasowego. Z przesączu oddestylowuje się metanol w wyparce próżniowej i uzyskuje się około 850 kg odmineralizowanego melasu, zawierającego 0,5% popiołu. Oddestylowany uwodniony metanol poddaje się rektyfikacji i zwraca do procesu demineralizacji melasu.

Przykład II. Postępuje się analogicznie jak w przykładzie I, z tą różnicą, że do zakwaszonego kwasem siarkowym melasu dodaje się 625 litrów metanolu. Po przesączeniu i oddestylowaniu metanolu z przesączu uzyskuje się melas zawierający 1% popiołu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odmineralizowania melasu, zwłaszcza w procesie wytwarzania kwasu szczawiowego, **znamienny tym**, że melas zakwasza się kwasem siarkowym aż do osiągnięcia 4,0—0,0, korzystnie 2 i miesza z niższym alkoholem alifatycznym, zwłaszcza metanolem w ilości 50—100% wagowych w stosunku do ilości melasu, odsącza wytrącony osad i oddestylowuje alkohol i przesącza.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do melasu dodaje się podczas mieszania najpierw kwas siarkowy, po czym do tak uzyskanej mieszaniny dodaje się alkohol.