

25 września 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



C12j 1/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 8570.

Kl. 12 r 2.

Société Anonyme des Produits Chimiques de Clamecy
(Clamecy, Francja).

Sposób całkowitej przeróbki octu drzewnego.

Zgłoszono 26 stycznia 1927 r.

Udzielono 12 marca 1928 r.

Pierwszeństwo: 22 kwietnia 1926 r. (Francja).

Ciekły produkt, otrzymywany przez destylację drzewa w zamkniętej retortce, składa się zasadniczo z czterech składników, a mianowicie: z produktów obojętnych, kwaśnych, smolistych i z wody. Destylat ten nazywa się „octem drzewnym”.

Klasyczna przeróbka octu drzewnego ma przebieg następujący: ocet drzewny, mniej lub więcej dokładnie odsmolony za pomocą jakiegokolwiek środka fizycznego, ogrzewa się w dowolnej części alembiku, jeżeli oczywiście nie poddaje się go obróbce bezpośrednio po wyjściu z odsmalacza, a w każdym razie pary jego przepuszcza się poprzez ług alkaliczny. (mleko wapienne, wodny roztwór węglanu sodowego i t. d.), który zatrzymuje wszystkie produkty

kwaśne, podczas gdy składniki obojętne (octan metylowy, aceton, alkohol metylowy, allilowy, rozmaite oleje i t. d.) skraplają się w chłodnicy umieszczonej za zbiornikiem, zawierającym alkalia.

Po skończonym procesie otrzymuje się wreszcie trzy wytwory: 1) produkty lotne zawierające aceton, octan metylowy, alkohol metylowy i allilowy oraz zanieczyszczenia o temperaturze wrzenia do 250°, porwane przez parę wodną, 2) wodny roztwór octanu alkaliów, 3) smolisty niedogon mniej lub więcej kwaśny.

Produkty lotne można skraplać w sposób ciągły lub nieciągły, zależnie od tego jakie właściwości ma mieć wytwór ostateczny; należy tu jednak zaznaczyć, że im

więcej zanieczyszczeń zawierają produkty lotne, tem trudniej otrzymać znaczny procent alkoholu metylowego w stosunku do całej jego ilości zawartej w mieszaninie.

Roztwór octanu metalu stęży się przez odparowanie i suszy w odpowiedniej temperaturze, jeśli idzie o otrzymanie związku bezpostaciowego. Aby otrzymać z niego stężony kwas octowy, rozkłada się go ostatecznie kwasem mineralnym.

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdzielania przez zwykłą destylację mieszaniny różnych produktów i otrzymywanie frakcyj następujących:

- 1) destylatów, zawierających oprócz spirytusu drzewnego aceton i octan metylowy,

- 2) zanieczyszczeń pyrogenicznych, zawierających przeważnie alkohol allilowy,

- 3) wysoko stężonego kwasu octowego oraz jego homologów. Sposób według wynalazku opiera się na známym fakcie, że niektóre ciała, jak np. benzen, węglowodory alifatyczne chlorowane lub nie, niektóre lekkie frakcje ropy naftowej siarczek węgla, dają z alkoholem metylowym mieszaninę podwójną o stałym punkcie wrzenia, niższym od stopnia wrzenia obu składników. Przy użyciu benzenu mieszanina ta wrze około 58°C i zawiera około 39% wagowych alkoholu metylowego. Opierając się na tem spostrzeżeniu, sposób wykonuje się jak następuje:

W alembiku *A* (patrz załączony rysunek) ogrzewa się ocet drzewny; wytworzone pary przez przewód *1* uchodzą do kolumny *B*, gdzie napotykają benzen, spływający z *E* przez rurę *2*. Pary utworzonej mieszaniny podwójnej skierowuje się do chłodnicy *C* przez przewód *3*; skroplony destylat spływa do małej kolumny *D*, gdzie miesza się z wodą dopływającą przez *4*. Mieszanina heterogeniczna, otrzymana w ten sposób, ścieka do *E*, benzen przez przewód *2* powraca do *B*, zaś alkohol metylowy odprowadza się przez przewód *5*. Ilość wody

doprowadzanej przez przewód *4* reguluje się w ten sposób, żeby otrzymać stężenie spirytusu drzewnego, wynoszące 10° — 20° Gay Lussac'a, stężenie to jest niezbędne do dokładnego ostatecznego oddzielenia octanu metylowego i acetonu od alkoholu metylowego. Stwierdzono, że produkty powyższe są zupełnie obojętne.

Po całkowitem odpędzeniu alkoholu metylowego temperatura par dosięga 69°C , od tej chwili benzen zaczyna przechodzić razem z parą wodną i tu się kończy pierwsza część procesu, t. j. oddzielanie alkoholu.

Zapomocą zespołu rur *6* z kurkami pary uchodzące z *A* przeprowadza się do kolumny *F*, potem do oziębiacza *G*, przez przewód *7*, ostatecznie skroplony destylat przechodzi do małej kolumny *H* i zbiera się w *J*. Stwierdzono, że powyżej 98° — 100°C przechodzi tylko woda mniej lub więcej kwaśna, natomiast największa ilość zanieczyszczeń najlotniejszych i dających się najłatwiej porwać przedestylowuje się z parą wodną pomiędzy 70° i 97°C . W zbiorniku *J* zbiera się produkt złożony z dwóch warstw, lżejszej warstwy olejowej oraz cięższej wodnej, zawierającej nieco kwasu octowego, zależnie od pierwotnej jego zawartości w occie drzewnym, użytym do przeróbki. Z warstwy olejowej, po przemyciu jej wodą dopływającą przez przewód *8*, wyciąga się niektóre składniki rozpuszczalne, szczególnie alkohol allilowy, przechodzący do warstwy wodnej.

Na spostrzeżeniach powyższych opiera się druga i trzecia część procesu, ponieważ jest oczywiste, że jeśli zanieczyszczenia pyrogeniczne porywają wodę i tylko bardzo nieznaczne ilości kwasu, to wystarczy zanieczyszczenia te stale odprowadzać do kolumny *F* przez przewód *9* ze zbiornika *J*, aby osiągnąć stałe odprowadzanie wody przez przewód *10* oraz zawracanie kwasu stężonego na dół kolumny.

Przepłukując te zanieczyszczenia w ko-

lumnie *D* wodą, doprowadzaną przez przewód 8, otrzymuje się destylaty tak zwane allilowe, z których można wyciągnąć ten alkohol w odpowiedni sposób.

W ciągu destylacji z parą wodną zanieczyszczenia mniej lotne i trudniej dające się wyciągnąć mieszają się z pierwszemi przez przelanie się do zbiornika *J*.

Aby uwolnić otrzymany kwas octowy od smoły, trzeba go zawrócić do retorty *J* przez rurę 11. Stąd można go wziąć do użytku tak jak jest, albo też można go zrektyfikować przy zastosowaniu odpowiedniej kolumny, aż do pożądanego stopnia czystości.

Następnie wyczerpaną smołę usuwa się z alembików *A*. Proces można zresztą prowadzić w sposób ciągły, w tym celu łączy się kolumny *B* i *F* zgodnie z rysunkiem z grupą alembików *A*, działających niezależnie od siebie.

Przez zastosowanie wszystkich znanych procesów można wyzyskać maximum ciepła użytego do rozmaitych zabiegów w ciągu procesu według wynalazku.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e .

Sposób całkowitej przeróbki octu drzewnego, w celu bezpośredniego rozdzielania głównych jego składników, zapomocą zwykłej destylacji, kolejno albo jednocześnie, zależnie od tego, czy destylacja jest ciągła czy nie, znamienny tem że: w celu

odciągnięcia par czystych, zawierających oprócz alkoholu metylowego aceton i octan metylowy bez zanieczyszczeń, pary wytworzone podczas ogrzewania octu drzewnego miesza się z benzenem, niektórymi węglowodorami chlorowanymi lub niechlorowanymi, niektórymi lekkimi frakcjami ropy, siarczkiem węgla i t. d., tworzącemi z alkoholem metylowym mieszaninę o stałej minimalnej temperaturze wrzenia, niższej od temperatury wrzenia poszczególnych jej składników i otrzymaną mieszaninę podwójną oziębia się, miesza z wodą, zaś utworzoną w ten sposób mieszaninę heterogeniczną dekantuje się, poczem benzen lub podobne produkty zawraca się do poprzedniej kolumny, a destylaty metylowe, zasadniczo obojętne, odprowadza się nazewnątrz, przyczem przechodzące przy dalszej destylacji zanieczyszczenia pyrogeniczne zadaje się wodą i wyciąga z nich alkohol allilowy, poczem zanieczyszczenia te zawraca się stale do aparatu, żeby destylowały ponownie z parą wodną, zaś kwas octowy, spływający stale zpowrotem do retorty, odciąga się w stanie surowym albo rektyfikuje, prowadząc jego pary przez odpowiednią kolumnę, a wyczerpaną smołę usuwa się z alembików.

Société Anonyme des Produits
Chimiques de Clamecy.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

