

17 października 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



C 09 f 3/00

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 2186.

Kl. 23 a 6.

Kazimierz Kosakiewicz
(Warszawa, Polska).

Sposób oczyszczania terpentyny zapomocą utleniania i węgla aktywowanego.

Zgłoszono 2 sierpnia 1924 r.

Udzielono 5 czerwca 1925 r.

Najczystszy gatunek terpentyny, tak zwaną terpentynę francuską otrzymuje się przez destylację żywicy pewnych gatunków drzew iglastych (*Pinus daricio* Poir.).

Jest to terpentyna zupełnie czysta, bezbarwna, o przyjemnej aromatycznej woni. Zawiera przeważnie terpeny szeregu pinenu.

Zupełnem przeciwieństwem są tak zwane terpentyny „rosyjska” i „niemiecka”, otrzymywane drogą suchej destylacji drzew iglastych Europy Środkowej i Wschodniej (*Pinus Khasya* i *Pinus Merkusii*).

Terpentyna francuska i niemiecka terpenów szeregu pinenu zawiera bardzo mało. Surowa terpentyna rosyjska czy niemiecka przedstawia się zewnętrznie jako płyn tłusty o ciężarze gatunkowym 0,87 — 0,89, zawierający oprócz innych zanieczyszczeń około 10% smoły i dlatego ma bar-

wę brązową, a niekiedy prawie czarną. Zapach jej przypomina wprawdzie zapach terpentyny przeważa jednak zapach krezotu, kwasu octowego i alkoholu metylowego. W celu otrzymania produktu, posiadającego większą wartość rynkową, należy terpentynę taką możliwie oczyścić.

Obecnie terpentynę w technice oczyszcza się zapomocą destylacji (czasem z parą wodną) i pewnych czynności chemicznych. W temperaturze 130°—150° C ulatniają się prawie wszystkie ciała, udzielające terpentynie woni nieprzyjemnej; a mianowicie połączenia siarki, ketony i alkohol alilowy.

Smoła drzewna osadza się jako ciało stałe, wskutek czego terpentyna nabiera barwy jasno-żółtej.

Tak otrzymana terpentyna, oprócz nie-

znacznej ilości smoły drzewnej, zawiera jeszcze rozmaite ciała obce, a przede wszystkim kwasy tłuszczowe, fenole, aldehydy, trochę kefonów i pewne związki hydroaromatyczne.

Następnie według dotychczas stosowanych sposobów terpentynę traktuje się roztworem ługu sodowego. Ług sodowy tworzy sole sodowe kwasów tłuszczowych, fenolany sodu, zesmała aldehydy, kondensuje ketony. Teraz oddestylowuje się terpentynę i działa słabym roztworem kwasu siarkowego (mocny rozkłada terpentynę).

Słaby kwas siarkowy wydziela ostatecznie aldehydy, inne ciała zesmała i rozpuszcza, nabierając przytem ciemnej barwy.

Następnie przemywa się terpentynę wodą, ługiem i znowu wodą i ostatecznie destyluje pod zmniejszonem ciśnieniem.

Otrzymany destylat jest prawie bezbarwny, czysty, o dość przyjemnym zapachu, różni się jednak od oryginalnej terpentyny francuskiej tem, że zawiera terpeny innego szeregu i nieznaczne ilości pewnych połączeń hydroaromatycznych.

Niektóre związki zawarte w tej terpentynie, utleniając się na świetle słonecznym, powodują po pewnym czasie jasno-żółte zabarwienie.

Jak widać, obecnie stosowany sposób oczyszczania surowej terpentyny jest związany z wieloma dość kosztownymi operacjami technicznymi i otrzymywana na tej drodze terpentyna niezupełnie odpowiada stawianym wymaganiom. Wynalazek ma na celu odbarwienie terpentyny i pozbanienie jej przykrego zapachu oraz usunięcie lub przynajmniej osłabienie skłonności czystej terpentyny do stopniowego utleniania się i zabarwiania na kolor żółty, — t. j. możliwie dokładne oczyszczenie w sposób ekonomiczny.

Ostatnio technologia chemiczna zyskała wspomniały środek chłonny i oczyszczający, stosowany w wielu gałęziach przemysłu, środek dający się łatwo regenerować,

mogący być łatwo wyrabiany w kraju z surowców krajowych, środek który również ma wielkie znaczenie dla obrony gazowej Państwa — środkiem tym jest węgiel aktywowany.

Mając na uwadze doskonałe rezultaty, jakie daje węgiel aktywowany w różnych gałęziach przemysłu, i myśląc o zapewnieniu mu szerszego jeszcze zastosowania, Instytut Badawczy Broni Chemicznej przeprowadził próby oczyszczania nim terpentyny i otrzymał bezwzględnie dodatnie wyniki. Sposób według wynalazku opiera się na następującem rozumowaniu: węgiel aktywowany absorbuje wszelkie ciała gazowe i płynne z nim się stykające, jednak absorpcja ta wykonywa się tem łatwiej, im bardziej chemicznie czynnem jest ciało absorbowane, pod warunkiem jednak, że funkcja chemiczna tego ciała stoi w pewnym stosunku do natury chemicznej tego węgla. Po za tem węgiel aktywowany jest potężnym czynnikiem katalitycznym, sprzyjającym całemu szeregowi reakcyj utleniania i kondensacji.

Terpentyna techniczna jest bardzo złożoną mieszaniną związków organicznych, z których najcenniejszą część stanowią terpeny o funkcji węglowodorowej z bardzo małą w gruncie rzeczy skłonnością do reakcyj chemicznych z węglem aktywowanym, zaś szkodliwe domieszki, należące do kategorii kwasów, alkoholi, fenoli, ketonów, aldehydów i t. p. związków zawierają wszystkie bez wyjątku grupy funkcyjne, skłonne bądź to do polimeryzacji, bądź do utleniania, bądź też do innych reakcyj typu syntetycznego, którym doskonale sprzyja węgiel aktywowany.

Przeto jest rzeczą oczywistą, że zetknięcie się takiej zanieczyszczonej terpentyny z węglem aktywowanym wytwarza warunki idealne dla usunięcia z niej szkodliwych domieszek i pozostawienia w stanie nieatutowym najcenniejszej części węglowodorowej. Procesowi temu, jak łatwo zrozu-

mieć, sprzyjałoby uprzednie utlenienie niektórych mało czynnych domieszek, jak alkohole i ketony, dlatego pożytecznem jest stosowanie przed absorbcją zapomocą węgla aktywowanego, uprzedniego utlenienia jakimkolwiek łagodnym środkiem utleniającym, np. obojętnym roztworem nadmanganianu potasu lub słabą mieszaniną chromową.

Po za tem mając na uwadze dość niewielką aktywność chemiczną ciał, zanieczyszczających terpentynę, a priori wydaje się wskazanem działać przy podniesionej temperaturze, wobec tego węgiel aktywowany najracjonalniej daje się wykorzystać podczas destylacji, gdy zostanie umieszczony w kolumnie rektyfikacyjnej, przez którą przechodzą wszystkie pary destylatu.

Rozumując w ten sposób opracowano ostatecznie następujący sposób oczyszczania surowej terpentyny zapomocą utleniania i węgla aktywowanego.

Surową terpentynę utlenia się przez ogrzewanie jej z nadmanganianem potasu, trójtlenkiem chromu, dwuchromianem potasu i z pyłem węglowym, zawierającym wiele pochłoniętego tlenu i sprzyjającemu utlenianiu. Otrzymaną terpentynę sący się i destyluje przez kolumnę rektyfikacyjną, zawierającą węgiel aktywowany.

Jak łatwo dostrzec przez porównanie, sposób według wynalazku jest o wiele prostszy i tańszy od dotychczas stosowanego, ponieważ:

1-o. zamiast kilkakrotnego wyklócania terpentyny z różnemi chemikaljami, stosu-

je on tylko jedną operację częściowego utleniania bardzo niewielką ilością utleniacza i mało cennego pyłu węgla aktywowanego;

2-o. zamiast wielokrotnego wyklócania i następnego oddzielania terpentyny od odczynników stosowanych do jej oczyszczania i ostatecznie mimo wszystko niezbędnej destylacji pod zmniejszonem ciśnieniem, sposób według wynalazku wymaga tylko jednego odsączenia i pozwala przeprowadzić destylację pod zwykłym ciśnieniem, podczas której właściwie dokonywa się proces ostatecznego oczyszczenia terpentyny, przy pomocy absorbcji na powierzchni węgla aktywowanego;

3-o. węgiel aktywowany, w przeciwieństwie do odczynników, używanych zwykle przy oczyszczaniu terpentyny, nie ulega zniszczeniu, gdyż daje się z łatwością i przy stosunkowo bardzo małych stratach regenerować.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób oczyszczania terpentyny, znamieny tem, że z terpentyny surowej usuwa się substancje łatwo się utleniające przez utlenienie ich zapomocą nagrzewania terpentyny z nadmanganianem potasu, trójtlenkiem chromu, dwuchromianem potasu i proszkiem węgla aktywowanego, poczem terpentynę destyluje się przez wieżę rektyfikacyjną, zawierającą węgiel aktywowany.

Kazimierz Kosakiewicz.