

15 czerwca 1929 r.



Cofc 51/42

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 9923.

Kl. 12 o 12.

Holzverkohlungs-Industrie Aktiengesellschaft
(Konstancja, Niemcy).

Sposób stężania lotnych kwasów alifatycznych.

Zgłoszono 16 kwietnia 1928 r.

Udzielono 25 stycznia 1929 r.

Pierwszeństwo: 2 czerwca 1927 r. dla zastrz. 1—5; 13 grudnia 1927 r. dla zastrz. 6 (Niemcy).

Wynalazek dotyczy przeprowadzania rozcieńczonych lotnych kwasów alifatycznych, a szczególnie rozcieńczonego kwasu octowego, w postać stężoną.

Znany jest sposób otrzymywania stężonego kwasu octowego z rozwodnionego kwasu octowego przez wprowadzanie do tego ostatniego znacznego nadmiaru octanu potasowego, poczem utworzoną przytem i wydzieloną przy oziębianiu sól kwaśną oddziela się od ługu pokrystalicznego i poddaje destylacji.

Obecnie wykryto, że zapomocą soli, zdolnych (jak octan potasu), do wytworzenia soli kwaśnych, wydzielających się w postaci stałej, można dany kwas odciągać również i z rozpuszczalników organicz-

nych. Dzięki temu można w sposób prosty otrzymywać w postaci stężonej kwasy, rozpuszczone w rozpuszczalnikach organicznych, jak się to często zdarza w technice.

Sposób ten umożliwia jednocześnie techniczne i ekonomiczne stężenie kwasów rozwodnionych, a w szczególności również rozwodnionego kwasu octowego.

Przy wykonaniu sposobu postępuje się, jak niżej: rozwodniony kwas, np. rozcieńczony kwas octowy, traktuje się rozpuszczalnikami, które z jednej strony są zdolne do wchłonięcia większej ilości kwasu, a z drugiej strony dają się łatwo oddzielić od wody. Jako takie rozpuszczalniki stosuje się np. oleje acetonowe albo o-

leje ze spirytusu drzewnego, eter, alkoholu butylowe i t. d.; w razie potrzeby można rozpuszczalniki lepiej przystosować do poszczególnych celów zapomocą odpowiednich dodatków. Korzystny np. okazał się dodatek benzenu do olejów acetonowych lub alkoholu butylowego, ponieważ dzięki temu obniża się znacznie rozpuszczalność np. olejów acetonowych w wodzie, jak i wody w olejach acetonowych, a prócz tego skutkiem większej różnicy ciężarów właściwych rozdzielenie obu cieczy następuje szybciej.

Przy zmieszaniu równych części olejów acetonowych i rozwodnionego kwasu octowego stosunek zawartości kwasu octowego w wodzie i w rozpuszczalniku organicznym wynosi 1 : 1. Przy zastosowaniu zasady przeciwprądu można z mieszaniny kwasu z wodą odciągnąć praktycznie wszystek kwas. Można np. postępować jak niżej: rozcieńczony kwas octowy prowadzi się zgóry przez odpowiedni aparat, np. przez wieżę, zaś rozpuszczalnik organiczny wprowadza się do wieży od dołu i dobrze jest prowadzić go w postaci możliwie rozdrobnionej poprzez wodnistą ciecz tak, żeby rozpuszczalnik wznosił się w niej w postaci możliwie małych pęcherzyków. Wreszcie w górnej części kolumny zbiera się rozpuszczalnik organiczny, zawierający kwas octowy, od dołu zaś spływa woda.

Z otrzymanego roztworu kwasu w rozpuszczalniku organicznym można z łatwością odciągnąć kwas zapomocą obróbki octanem potasowym, np. wprowadzając roztwór w drugiej wieży ekstrakcyjnej w zetknięcie ze stężonym roztworem octanu potasowego na zasadzie przeciwprądu. Odbywa się to np. w ten sposób, że roztwór octanu potasowego wprowadza się do wieży od góry, zaś roztwór kwasu w rozpuszczalniku organicznym — od dołu, przyczem roztwór octanu potasowego prowadzi się w kierunku przeciwnym w wa-

runkach, w których następuje doskonałe zetknięcie między materiałami. Proces można przeprowadzać w temperaturze zwykłej lub nieco podwyższonej, np. między 30° a 40°C, a zatem z górnej części wieży uchodzi rozpuszczalnik organiczny, zaś z dolnej — ług octanowy. Z tego ostatniego zapomocą oziębienia można wydzielić utworzoną kwaśną sól. Wydzielanie to można korzystnie przyspieszyć zapomocą poruszania, np. przepuszczając ług przez rynny drgawkowe.

Po wyosobnieniu wydzielonej kwaśnej soli z ługu, można otrzymać kwas, np. przez destylację kwaśnego octanu, który w razie potrzeby można uprzednio wysuszyć gorącym powietrzem. Należy przytem unikać szkodliwych zbyt wysokich temperatur, powodujących reakcje uboczne, np. tworzenie się acetonu, które następuje w temperaturze 300°C i wyżej. Destylację można prowadzić np. około 200°C z zastosowaniem próżni lub bez niej. Pozostały octan oraz ług octanowy można ponownie zastosować w procesie. Zamiast przerabiać utworzoną sól kwaśną (np. kwaśny octan potasu) przez rozkład na kwas stężony, można ją stosować jako taką, albo zużytkować w inny sposób, np. do wytwarzania soli albo estrów lub t. p. związków.

Zamiast octanu potasowego można stosować również inne odpowiednie sole, np. octany innych alkaliów, albo wapniowców, a w razie potrzeby także mieszaniny soli. Sole, względnie mieszaniny soli, można stosować np. w postaci stężonych roztworów albo w postaci stałej. W tym ostatnim przypadku zaleca się również stosowanie nieco wyższych temperatur oraz dokładne zmieszanie soli z roztworem, przeznaczonych do obróbki.

Sposób według wynalazku nadaje się również do stężenia rozcieńczonych kwasów, np. kwasu octowego, o różnych stopniach stężenia np. octu fermentacyjnego,

odpadkowego kwasu octowego, np. od fabrykacji acetylocelulozy i z innych gałęzi przemysłu. Nadaje się on również do stężania surowego octu drzewnego. Przy przeróbce tego materiału wyjściowego, który w razie potrzeby można uprzednio poddać odsmoleniu, okazało się, że część obecnych składników empyreumatycznych przechodzi do rozpuszczalników organicznych, lecz nie przechodzą one do ługów octanu potasowego. W razie obecności kwasu mrówkowego nie przechodzi on do kryształów.

Sposób ten posiada tę zaletę, że daje się przeprowadzić zupełnie bez stosowania ciepła albo przy małym praktycznie nieznacznym jego rozkładzie.

Stwierdzono dalej, że w wielu przypadkach nie jest konieczne wyrabianie utworzonej kwaśnej soli jako takiej, a nawet korzystnie jest przerabiać ją od razu dalej w tej postaci, w jakiej ją otrzymano, a więc np. w postaci gąszczu albo stężonego roztworu; przeróbka ta polega na ogrzewaniu jej do temperatur, w których oddestylowuje się stężony kwas. Postępowanie takie okazało się szczególnie korzystne przy użyciu soli sodowej kwasu octowego albo mieszanin soli, zawierających sól sodową.

Tak więc np. kwaśna sól sodowa kwasu octowego, otrzymana w postaci stężonego roztworu lub w postaci gąszczu, oddaje kwas ten w temperaturze około 170°—200°C. Sposób ten wykazuje między innymi tę zaletę, że pozwala na zastosowanie uproszczonej aparatury, ponieważ pomija się stosowanie chłodnicy, wirówek oraz zwykłych aparatów używanych do oddzielania wykrysztalizowanych soli; nadaje się on również do przeróbki surowego octu drzewnego, ponieważ smoła, zawarta ewentualnie w otrzymanej przytem soli przy ogrzaniu od 200° do 220°C, staje się nierozpuszczalna i łatwo daje się usunąć. Zmniejszają się również straty na roz-

puszczalnikach organicznych, ponieważ wszystkie zabiegi można wykonywać w naczyniach zamkniętych. Mimo pominięcia krystalizacji kwas otrzymany niniejszym sposobem jest bardzo czysty, ponieważ zanieczyszczenia z przedgonu oraz większość zanieczyszczeń wyżej wrzących można zbierać osobno przy destylacji stężonego kwasu, który przy powtórnej destylacji należy oczyścić już tylko od pewnych substancji wyżej wrzących.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przeprowadzania rozcieńczonych lotnych kwasów alifatycznych w postaci stężoną, znamienny tem, że roztwory kwasów w rozpuszczalnikach organicznych traktuje się solami, zdolnymi do wytwarzania z danymi kwasami soli kwaśnych, które następnie można zużytkować, np. odciągając z nich przez rozkład kwas w postaci stężonej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że wodne roztwory rozcieńczonych lotnych kwasów alifatycznych traktuje się rozpuszczalnikami organicznymi, zdolnymi do rozpuszczania kwasów i dającymi się łatwo oddzielić od wody, poczem z rozpuszczalników organicznych odciąga się kwas sposobem według zastrz. 1.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że kwas octowy, w danym razie surowy ocet drzewny, traktuje się odpowiednimi rozpuszczalnikami, np. olejami acetonowymi i benzenem, i z otrzymanego roztworu odciąga się kwas zapomocą octanu potasowego albo mieszanin tej soli z innymi octanami.

4. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że roztwór kwasów w rozpuszczalnikach organicznych wprowadza się w zetknięcie z roztworem soli, stosując zasadę przeciwpądu, np. w kolumnach lub t. p. urządzeniach.

5. Sposób według zastrz. od 1 do 4,

znamienny tem, że z przeznaczonych do przeróbki rozwodnionych kwasów zapomocą traktowania organicznemi rozpuszczalnikami przy zastosowaniu zasady przeciwpądu odciąga się kwas możliwie dokładnie, poczem otrzymaną mieszaninę w roztworze przerabia się dalej według zastrz. 4.

6. Sposób według zastrz. od 1 do 5, znamienny tem, że kwaśnych soli, tworzących się przy traktowaniu roztworów kwasów w rozpuszczalnikach organicznych zapomocą stałych lub częściowo rozpuszczono-

nych soli albo mieszanin soli, nie wyosabia się w celu dalszej przeróbki na stężony kwas, lecz ogrzewa się je w takiej postaci, w jakiej je otrzymano, do temperatur, w których oddestylowuje się kwasy w postaci stężonej.

Holzverkohlungs-Industrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.