

30 grudnia 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 6433.

Kl. 23 e 5.

Société des Établissements Barbet
(Paryż, Francja).

**Sposób i aparat do wytwarzania suchych nawozów i gliceryny ze szlamów
pozostałych po destylacji alkoholowej.**

Zgłoszono 29 stycznia 1926 r.

Udzielono 27 listopada 1926 r.

Destylarnie przemysłowe mogą zapewnić dochód tylko pod warunkiem najzupełniejszego wykorzystania wszystkich produktów pobocznych destylacji.

Produktem takim jest szlam, pozostały po destylacji alkoholowej, który może dostarczyć wielką ilość składników użyźniających, czyli nadających się do wytwarzania nawozu.

W rzeczy samej szlam ten zawiera znaczną ilość azotu i potażu, które można zużyć do wyrobu nawozów dla rolnictwa. Oprócz tego w szlamie tym znajduje się jeszcze inny produkt, mający bardzo doniosłe znaczenie a mianowicie gliceryna, którą należy celowo wydzielić, gdyż inaczej otrzymane nawozy ulegałyby szkodliwemu dla nich działaniu wilgoci.

Wszystkie te produkty poboczne mogą być otrzymane tylko po uprzednim wyparowaniu szlamu. Gdy tenże zostanie już doprowadzony, zwykłym sposobem, do gęstości odpowiadającej 22 do 25° Baumé, należy go zgęścić jeszcze bardziej innym sposobem i doprowadzić jego gęstość do 1,38.

Przy takiej gęstości, temperatura wrzenia szlamu przekracza o 25° temperaturę wrzenia wody i wynosi około 125°C.

Stężanie szlamu do powyżej określonej konsystencji można uskutecznić w specjalnym aparacie „ostatecznej koncentracji” R (fig. 1) zapomocą pary.

Jeżeli się stosuje parę świeżą (pod dostatecznym ciśnieniem), to szlam można zgęszczać na wolnem powietrzu, jeżeli zaś

używa się pary zużytej, wychodzącej z silników parowych, to należy zgęszczać szlam w aparatach zamkniętych i utrzymywać go w odpowiedniej próżni.

Ilość zużytej pary jest stosunkowo bardzo wielka.

Po ostatecznem zgęszczeniu szlamu można wydobyć zeń glicerynę. Operacja ta odbywa się w aparacie S (fig. 1).

Aparat S odbierający glicerynę działa z przerwami odpowiadającymi każdorazowemu ładunkowi, podczas gdy aparat R działa w sposób ciągły, wskutek czego trzeba umieścić między temi dwoma aparatami pośredni zbiornik T, zaopatrzony również w grzejnik parowy, aby dostarczany stale przez aparat R syrop nie stygł, zanim się go przeleje do aparatu S.

Napełnianie aparatu S skutecznia się zapomocą zwykłego ssania wywołanego lekką próżnią, którą się wytwarza w danej chwili (przez rurkę 17).

Gliceryna wrze przy 290° pod ciśnieniem atmosferycznem, a może być destylowana w wysokiej próżni, pod warunkiem poddania mas szlamu energicznemu bełkotaniu przegrzaną parą.

Postępowanie takie zużywa bardzo wiele pary, przyczem gliceryna nie zostaje wyciągnięta dostatecznie z osadu.

Sposób, opisany poniżej, pozwala otrzymać pomyślniejsze wyniki zapomocą środków znacznie tańszych, niż przegrzana para.

Zawartość gliceryny w szlamach pozostałych po destylacji alkoholowej należy naturalnie do rodzaju przetworów, które zostały poddane fermentacji. Zawartość ta może dosięgnąć 10 do 12%, lecz w niektórych wypadkach może dochodzić zaledwie do 4%.

Jeżeli nagrzewać taki szlam pod ciśnieniem atmosferycznem do 125°C , a następnie wytworzyć nagle nad nim silną próżnię, to cała masa szlamu przegrzeje się blisko o 65° w stosunku do temperatury wrze-

nia odpowiadającej wytworzonej próżni. Takie raptowne, względne przegrzanie oddziaływa nie tylko na małą stosunkowo ilość wody i gliceryny zawartych w szlamie, ale i na sole i inne składniki organiczne, stanowiące większość jego. Ten nadmiar ciepła działa również energicznie w miarę wzrastania próżni na wszystkie składniki lotne.

Jednem słowem, nie używając przegrzanej pary, otrzymuje się, dzięki wytworzonej próżni, silne przegrzanie szlamu, który raptownie osiąga stan gwałtownego wrzenia, co wywołuje takie samo wydzielanie się gliceryny, jak przy używaniu przegrzanej pary.

Doświadczenie wykazuje, że jednorazowe wytworzenie próżni nie wystarcza, i czynność tę należy powtórzyć po raz drugi, a ewentualnie i więcej razy, aby wydzielić zupełnie ze szlamu wszystkie zawarte w nim lotne składniki.

Dla każdorazowego podgrzania szlamu używa się świeżej pary o wysokiem ciśnieniu, która oddaje szlamowi niemal całkowicie swój ciepłok; wobec czego wydatek pary dla podgrzania jest prawie taki sam, jak gdyby się wyparowywało glicerynę sposobem zwykłym. Z drugiej strony, wstrząsanie szlamu zapomocą pary zostaje zastąpione efektem cieplnym, jaki daje wytworzona próżnia, wskutek czego w skraplaczu skrapla się już nie para, ale mieszanina wody i gliceryny, znajdujących się w szlamie.

Otrzymana w ten sposób gliceryna jest stosunkowo bardziej stężona, co ma duże znaczenie praktyczne.

Takie samowrzenie, wywołane przez stopniowaną próżnię, ma jednak tę niedogodność, że bełkotanie, pienienie się szlamu jest zbyt gwałtowne i że wspieniona masa może zostać wciągnięta do skraplacza.

Aby temu zapobiec, dodaje się do szlamu, przed jego gotowaniem, dość znaczną

ilość oleju, który nie pozwala wznosić się pianie szlamu. Najlepiej nadaje się w tym celu ropa naftowa.

Jeżeli wprowadzić do aparatu około 50 kg takiej ropy, to, ponieważ wytrzymuje ona temperaturę 125° i nie ulega destylacji, chroni szlam przed pienieniem się.

Gdy jednakże wytworzona próżnia dosięgnie 60 mm słupa rtęci, to ropa naftowa ulatnia się i przechodzi do kondensatora wraz z wodą i gliceryną.

Nie przedstawia to żadnych niedogodności, gdyż oba te czynniki nie są wzajemnie rozpuszczalne, i ropa pływa na wierzchu, co bardzo ułatwia jej wydzielenie dla ponownego użycia.

Wedle nowoczesnych teoryj i metod destylacji, można nawet twierdzić, że taka destylacja ropy pomaga wydzieleniu się i destylacji gliceryny.

W każdym razie, w sposobie tym dodawanie ropy ma na celu nie pobudzenie destylacji gliceryny, ale osłabienie zbyt gwałtownego pienienia się szlamu; przyczem obecność ropy może tylko pomóc destylowaniu gliceryny, nie podnosząc kosztów operacji.

Fig. 2 i 3 przedstawiają szczegóły wykonania aparatu S (fig. 1), w którym ogrzany szlam poddaje się kolejno działaniu ciśnienia atmosferycznego i próżni, dla otrzymania wskazanych powyżej wyników.

Fig. 2 przedstawia poziomy cylinder w przekroju pionowym, a fig. 3—jego przekrój poprzeczny.

Wielkość tego cylindra jest tak obliczona, aby ładunek szlamu zajmował tylko $\frac{1}{3}$ lub najwyżej $\frac{2}{5}$ objętości cylindra, a to z dwóch powodów:

- 1) aby zachować dużą przestrzeń dla podnoszącej się piany szlamowej;

- 2) aby łożyska, w których obraca się wewnętrzny wał, nie były zanurzone w szlamie, gdyż należy pamiętać, że po skończonej każdej operacji szlam ostudzony

krzepnie, co mogłoby zakleić, jak żywica, łożyska wału i utrudnić bardzo jego obrót.

Pomiędzy każdą parą mieszadeł, osadzonych na wale, znajdują się ogrzewające rury *U*, *V* łukowato wygięte lub proste.

Końcami swojemi *V* rury te są połączone wspólnym przewodem parowym, w którym znajduje się para pod ciśnieniem 14 do 16 atm czyli o temperaturze 200° do 205°C , zupełnie dostatecznej do energicznego ogrzewania szlamu. Końce zaś *U* tych rur są połączone z przewodem odprowadzającym wodę skroploną do samoczynnego opróżniacza wody.

Pierwsze samowrzenie (wywołane przez próżnię) skutecznia się, gdy szlam będzie ogrzany do 125° . Przy drugiej takiej operacji można już podnieść temperaturę szlamu do 140° , gdyż całkowita niemal ilość wody, zawartej w szlamie, została usunięta z niego przy operacji pierwszej.

W tych warunkach druga operacja samowrzenia jest jeszcze skuteczniejsza niż pierwsza, i powoduje wyciąganie resztek wody i gliceryny ze szlamu, a dodana ropa naftowa powstrzymuje jeszcze lepiej pienienie się szlamu.

Pary glicerynowe, unosząc ze sobą ulatniającą się ropę naftową, przechodzą przez rurkę 17 do kondensatora *S'*, którego ujście *S''* jest połączone rurką 18 z kondensatorem barometrycznym *P*, wytwarzającym w całym układzie żądaną próżnię.

Wszystka gliceryna zostaje skroplona w kondensatorze *S'* i tylko gazy oraz nieco pary wodnej przechodzą do *P* (fig. 1).

Skroplona gliceryna i ropa uchodzą rurką 19 do aparatu *Z*, gdzie się rozdzielają i gromadzą oddzielnie.

Aparat *S*, w którym odbywa się samowrzenie, może mieć kształt kulisty, jak to dokładnie przedstawia fig. 3.

Jeżeliby rury ogrzewające *U—V* okazały się niedostatecznymi, to można powiększyć powierzchnię nagrzewania, usta-

wiając pod nimi drugi rząd rur $U'-V'$, a w razie potrzeby dodając trzeci szereg takich rur powyżej rur $U-V$.

Napełnianie aparatu S szlamem odbywa się, jak to wskazano wyżej, zapomocą zwykłego ssania wytworzonego przez próżnię.

Do wyładowywania aparatu służy otwór dość duży, ze względu na gęstość i lepkość pozostałej warstwy szlamowej. Otwór ten może być zamykany przez odpowiednio urządzony zawór W (fig. 3) lub w jakikolwiek inny sposób, który umożliwia rozbijanie w aparacie stężałego już osadu i wyciąganie go nazewnątrz.

Pod zaworem W można ustawić lejek X , z rynną Y , przez które nieskrzepnięty jeszcze ostatecznie osad będzie mógł spływać do szeregu form oziębianych lub nawet wprost do zimnej wody. Zamiast stałego lejka X można zastosować lej obracający się, taki, jaki się używa w cukrowniach pod aparatami krającymi buraki.

Skrzepnięty osad następnie rozbija się i miele, i w postaci proszku przedstawia on bardzo użyźniający produkt, który można domieszać na zimno do wszelkiego rodzaju nawozów sztucznych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wydzielania gliceryny zawartej w szlamach, pozostałych po odpędzeniu alkoholu, i jednocześnie wytwarzania suchych nawozów w postaci osadów azotowych i potasowych, które, będąc pozbawione gliceryny, po sproszkowaniu nie wilgotnieją, znamienny tem, że szlam dostatecznie stężony, w celu odpędzenia gliceryny

doprowadza się po silnem ogrzaniu pod ciśnieniem atmosferycznem zapomocą wężownic, w których przepływa para o wysokiem ciśnieniu do stanu samowrzenia kilkakrotnie, wytwarzając nad nim próżnię, wskutek czego cała masa szlamu przechodzi raptownie w stan gwałtownego wrzenia, przyczem zbyteczne pienienie się masy szlamu usuwa się przez dodanie odpowiedniej ilości węglowodorów, jak ropa naftowa lub tym podobne, które odpędzają się razem z gliceryną, ułatwiając destylację tej ostatniej, i które można oddzielić z łatwością od gliceryny i użyć ponownie.

2. Aparat do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 1, znamienny tem, że składa się z kotła cylindrycznego lub kulistego o znacznej objętości, zaopatrzonego w mieszadło najkorzystniej poziome, którego łożyska mogą być pod poziomem cieczy, ogrzewanego wężownicami, ustawionymi między łopatomi mieszadła, dzięki czemu ruch łopat przyspiesza nagrzewanie szlamu i zapobiega zbytniemu jego pienieniu się, przyczem ładowanie szlamu uskutecznia się zapomocą ssania próżniowego, wyładowywanie zaś szlamu zapomocą ciśnienia atmosferycznego, przez dolny otwór, zaopatrzony w odpowiednich rozmiarów zawór, po otwarciu którego osad wpada do lejka stałego lub obrotowego, skierowującego do form, w których osad ten się oziębia.

Société des Établissements
Barbet.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig 1.

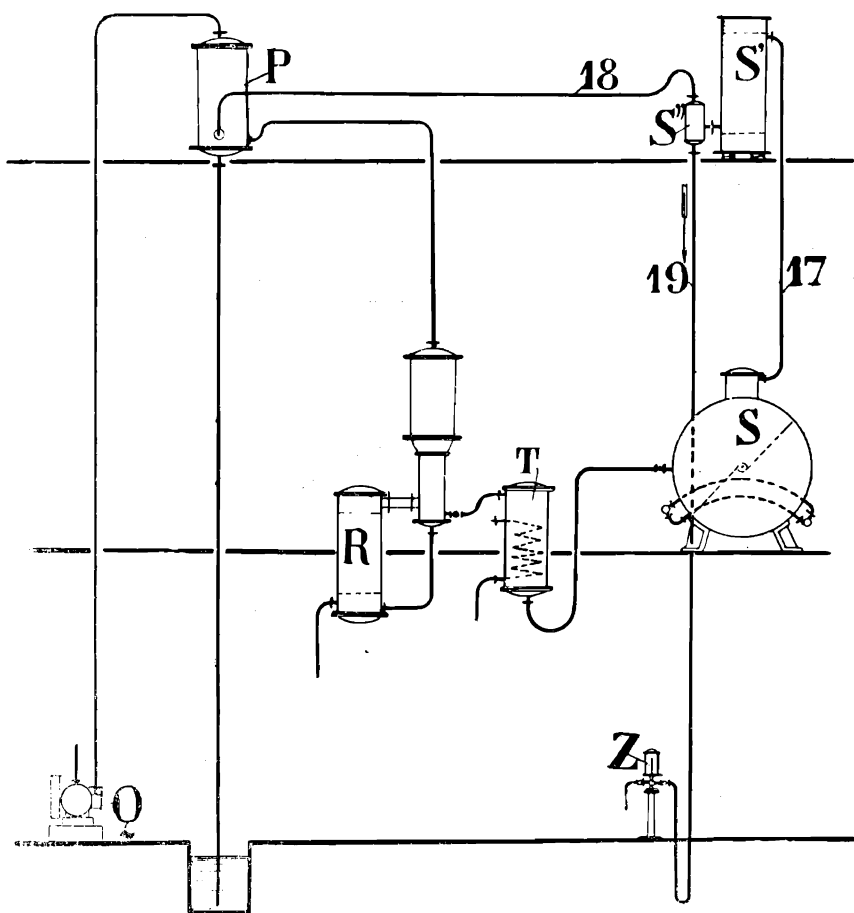


Fig.2.

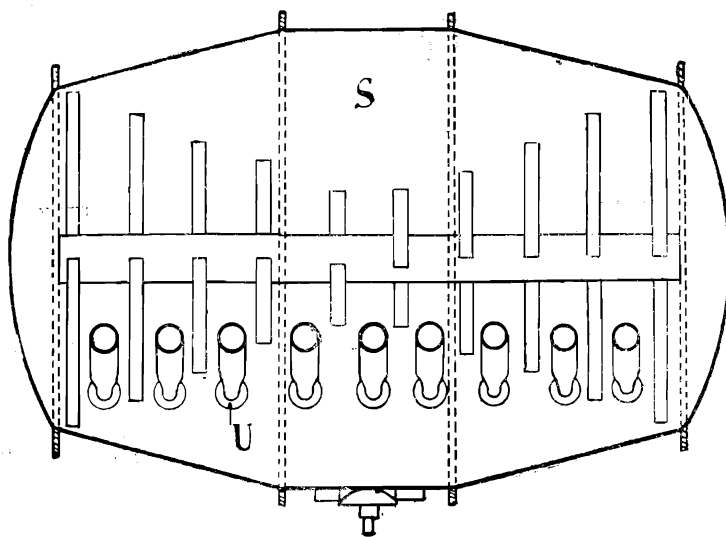


Fig.3.

