

05
5097

ЛЕСОХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ЛЕСНОЕ
ТЕХНИЧЕСКОЕ
ИЗДАТЕЛЬСТВО

1935 12

СОДЕРЖАНИЕ

Используем полностью производительные силы лесохимии	Стр. 1
--	--------

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ОТДЕЛ

П. Н. Герасимов — Установление силовых затрат при подновках	4
В. П. Сумароков — О переработке жидких дестиллатов сухой перегонки дерева по методу Брюстера—Беджера на Ашинском лесохимическом комбинате	9
С. И. Сухановский и Е. В. Рогинская — О количественных методах определения муравьиной кислоты в продуктах пиролиза древесины	15
Н. Петров — К получению ароматических веществ из лигнина и лигносульфо- новой кислоты сульфитных щелоков	18

ПО ЗАВОДАМ и ЛЕСХИМХОЗАМ

А. А. Деревягин — О повышении качества порошка Ижевского завода	20
И. Г. Ерошевский — Об отгонке скипидара из мыльного щелока	23
Инж. А. Е. Сучков — Комплексное использование с сеновой лапки на Тихвин- ском лесохимическом заводе	27

ПЕРЕВОДЫ И РЕФЕРАТЫ	28
-------------------------------	----

ИНФОРМАЦИЯ	33
----------------------	----

ХРОНИКА	33
-------------------	----

СПРАВОЧНЫЙ ОТДЕЛ	34
----------------------------	----

О П Е Ч А Т К И в № 10

Стр.	Колонка	Строка	Напечатано	Должно быть
20	Левая	24 сверху	терпинеола-4]	терпиненола-4
"	Правая	39 "	Смешиваются	Смешиваются 5 см ³ углеводорода

ЛЕСОХИМИЧЕСКАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
ОРГАН ГЛАВНОГО УПРАВЛЕНИЯ ЛЕСОХИМИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
И НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ ИНСТИТУТОВ

ГОД ИЗДАНИЯ IV

РЕДАКЦИЯ: МОСКВА, Рыбный, 3, тел. 1-28-41

ГОД ИЗДАНИЯ IV

№ 12 (36)

ДЕКАБРЬ

1935

Используем полностью производительные силы лесохимии

«Данные науки всегда проверялись практикой, опытом. Наука, порвавшая связи с практикой, опытом — какая же это наука?»

И. СТАЛИН

Сущность стахановских методов — это сочетание ударности в работе с овладением техникой.

Правильным разделением труда, специализацией в работе, устранением малейших простоев и полным использованием своего рабочего времени, правильным маршрутом и организованностью в работе, расчетом затраты сил на каждую операцию и ритмом в работе характеризуется этот метод.

«Стахановское движение это такое движение рабочих и работниц, которое ставит своей целью преодоление нынешних технических норм, преодоление существующих проектных мощностей, преодоление существующих производственных планов и балансов... Это движение ломает старые взгляды на технику, ломает старые технические нормы, старые проектные мощности, старые производственные планы и требует создания новых, более высоких технических норм, проектных мощностей, производственных планов. Оно призвано произвести в нашей промышленности революцию. Именно поэтому оно, стахановское движение, является в основе своей глубоко революционным», сказал товарищ Сталин в своей речи на I Всесоюзном совещании рабочих и работниц стахановцев.

Стахановцем может и должен стать каждый работник лесохимической промышленности, полностью овладевая своей специальностью.

Для того чтобы быть доподлинным стахановцем, необходимо хорошо знать свой производственный участок, быть преданным своему делу, жить жизнью своего предприятия и любить свою социалистическую родину.

Стахановцы — люди культурные, технически подкованные, дающие образцы точности и аккуратности в работе, умеющие ценить фактор времени в работе и научившиеся считать время не только минутами, но и секундами, люди, вполне

овладевшие техникой своего дела и умеющие выжимать из техники максимум того, что можно из нее выжать.

Работая по-стахановски, нельзя ни в коем случае противопоставлять качество количеству. Тот, кто хочет быть стахановцем, не может давать только количество. Он должен давать и качество. Без этого нет стахановца.

Получив в наследство от прошлого чахлую вологодскую подсочку, архаическое дегтекурение, кустарное смолокурение, примитивное углежжение и зачатки сухой перегонки дерева, наша лесохимическая промышленность стала перестраиваться на новую технику лишь в самые последние годы. И несмотря на то, что лесохимическая промышленность за последнее время имеет ряд достижений, все же современная лесохимия является у нас новой и очень молодой еще отраслью народного хозяйства, в которой имеется большее, чем где бы то ни было, поле деятельности для стахановцев-лесохимиков.

Сменив вологодскую подсочку на новые современные ее методы, создав новую лесохимическую промышленность, построив мощные Ашинский и Бахтанский заводы, создавая промышленность по гидролизу и различным видам облагораживания древесины (лигностон, изоплиты, искусственные доски и пр.), ставя перед собой задачи использования отходов работающих на древесине стационарных генераторных установок, использования сульфитных и сульфатных щелоков, наша нарождающаяся лесохимическая промышленность выдвигает перед лесохимиками ряд крупнейших проблем.

Протекающая одновременно с этим производственная работа лесохимических предприятий выдвинула ряд повседневных вопросов, имеющих большое практическое значение, связанных с освоением применяемых в производстве методов и их рационализацией.

ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
СТАЛИН

В этих условиях всякое накопление положительного опыта, всякое производственное достижение каждого завода приобретает особое значение и имеет ценность не только само по себе, но и как слагающая дальнейшего общего развития лесохимической промышленности.

Всякое преодоление старых, отживающих норм и достижение новых, а также установление производственных рекордов содействуют не только увеличению производительности предприятий, но и правильному подходу к проектированию строящихся.

Бережное отношение к оборудованию, внимательное его изучение, правильное использование его на деле, ясное представление о значении каждой детали аппарата в его работе должно быть неотъемлемым качеством стахановца-лесохимика.

Стремление сократить время нахождения аппарата под нагрузкой и выгрузкой, достигнуть максимального использования его объема, вести с максимальной технической возможной интенсивностью его работу, уложить эту работу в возможно интенсивный, четко соблюдаемый график, свести до минимума потери, добиться максимального использования сырья, достигнуть высокого качества продукции — вот почетные задачи, стоящие перед стахановцем-лесохимиком.

Вступление лесохимической промышленности в полосу стахановского движения ставит большие ответственные задачи перед хозяйственниками этой промышленности и ее инженерно-техническими и научно-исследовательскими работниками.

«Наша основная задача — помочь стахановскому движению на предприятиях лесной промышленности», сказал т. С. С. Лобов,

Хозяйственники и инженеры в новых условиях работы должны чутко реагировать на все новое и целесообразное, учитывать достижения, разбираться в них, выясняя и отмечая основные причины этих достижений, разъясняя их и стимулируя дальнейшую работу в направлении улучшения как качества продукции, так и технико-экономических показателей производства.

Инженер, включившийся в стахановское движение, — это не только консультант, но и организатор стахановских методов работы на каждом участке вверенных ему цехов, на каждом этапе руководимого им производственного процесса.

Тем хозяйственникам, инженерам и техникам, которые не хотят мешать стахановскому движению, которые ему сочувствуют, но не сумели еще перестроиться, не сумели еще возглавить его, следует над этим серьезно подумать и поработать, чтобы не оказаться в рядах тех, которые мешают и тормозят движение стахановцев.

Под новым углом зрения стахановского движения каждый хозяйственник, инженер, техник, мастер, бригадир, плановик, бухгалтер, финансист, снабженец, кладовщик и другие работники лесохимических предприятий и организаций должны пересмотреть свою работу.

Работать вчерашними методами и темпами сегодня нельзя.

Стахановское движение требует работы по-новому. Нужны новые графики работы, новые технические нормы, новые расходные коэффициенты, новый съём продукции с аппаратов, агрегатов и станков, новое обслуживание аппаратуры и обо-

рудования, новые материальные и финансовые оалансы, новая культура и порядок в каждом предприятии.

Кто этого не понимает и на деле в своей работе не применяет, тот тормозит развитие и подъем нашей промышленности.

Стахановское движение в лесохимии этих людей не потерпит.

Научно-исследовательским работникам, помня слова товарища Сталина, что «наука потому и называется наукой, что она не признает фетишей, не боится поднять руку на отживающее, старое и чутко прислушивается к голосу опыта, практики», следует возможно внимательно отнестись к достижениям стахановцев, возможно лучше знакомиться с ними, изучать и разбираться в них с тем, чтобы осознать то многое, еще не осознанное, что выявляет и способно выявить стахановское движение. Надо больше прислушиваться к голосу передовых рабочих и учиться у них, ибо, как совершенно правильно сказал товарищ Орджоникидзе, «ничего зазорного в этом нет».

Было бы ошибочно ограничиваться только регистрацией полученных достижений. Необходимо каждое из них анализировать и извлекать из каждого не только то, что может быть непосредственно использовано тут же на производстве, но и то, что может дать новый толчок, новый подход к усовершенствованию того или другого производственного процесса или его этапа.

Необходимо чрезвычайно внимательно учитывать новый опыт с тем, чтобы, вооружившись новыми данными, получить надлежащий материал для научно обоснованной критики старых, отживающих норм, укоренившихся технических пред-рассудков, несовершенных методов работы и устарелых конструкций.

Наука есть квинтэссенция опыта, и поэтому она должна вобрать в себя весь этот новый опыт, проработать его, освоить и двинуть на завоевание новых достижений.

При новых методах работы технорук завода и находящиеся в его ведении инженерно-технические кадры должны быть не только руководителями производства, но и представлять собой научно-технический форпост лесохимической промышленности, учитывающий новый опыт, суммирующий его и проводящий первоначальный его анализ.

В этой работе техноруку необходимо опираться не только на занятые в производстве инженерно-технические кадры, но и на заводскую лабораторию, которая наряду с обычными свойствами ей аналитическими функциями должна быть включена в работу исследовательскую и путем усиления ее кадров превращена в научно-исследовательский форпост, ячейку научно-исследовательского института на производстве.

Новые задачи должны нас заставить и по-новому организовать работу научно-исследовательского института, сильнее увязать его с заводскими лабораториями, приблизить его работу к производству с тем, чтобы наряду с проведением общеплановой работы он мог не только оказывать помощь заводским лабораториям, но и накапливать, анализировать и прорабатывать первоначальный получаемый ими научный материал.

Через заводоуправления, через технорук, че-

рез заводские лаборатории Центральный научно-исследовательский лесохимический институт должен теснейшим образом увязаться со стахановским движением, должен возглавить его, должен быть мобилизован на обслуживание его и подготовлен к ответу на все запросы стахановцев лесохимической промышленности.

Из опыта и науки он должен выжать все для максимального развития техники лесохимических производств.

Должна быть перестроена также и работа проектировочных организаций, которым следует, отказавшись от непогрешимости справочников, сильнее опереться на достижения непосредственной практики, возможно полнее использовать как последние данные заводского опыта, так и результаты проработки его научно-исследовательским институтом.

Новые люди — новые времена, новые достижения — новые технические нормы.

В этих условиях имеющаяся книжная лесохимическая литература теряет свое значение авторитетных справочников, как например многочисленные, недавно еще изданные, но уже устаревшие

труды проф. К. И. Ногина; учебники превращаются в пособия, пригодные лишь для общей ориентации, но как руководства для практической деятельности они совершенно обесценены новыми достижениями. Практическая работа требует новых руководств, покоящихся на новых опытных данных, учитывающих рост техники, его динамику и подвижность норм.

Рост стахановского движения в лесохимической промышленности, рост технической подготовленности ее рабочих кадров порождает острую необходимость в новых современных технических изданиях, монографиях, освещающих основы производственных процессов лесохимической промышленности.

Достигнутые такими стахановцами, как т. Бадин, т. Кочкина и другие, результаты уже сегодня требуют отражения их в специальной лесохимической прессе.

Да здравствует стахановское движение в лесохимической промышленности!

Да здравствует борьба за полное использование производительных сил социализма!

„Значение стахановского движения состоит в том, что оно является таким движением, которое ломает старые технические нормы, как недостаточные, перекрывает в целом ряде случаев производительность труда передовых капиталистических стран и открывает, таким образом, практическую возможность дальнейшего укрепления социализма в нашей стране, возможность превращения нашей страны в наиболее зажиточную страну“

(СТАЛИН, Речь на I Всесоюзном совещании стахановцев)

Установление силовых затрат при подновках*

П. Н. Герасимов

В результате лабораторных испытаний двух хаков (конусного и двустороннего), проведенных на станке А. Е. Золотарева, мы пришли к заключению о необходимости затраты больших усилий на снятие стружек, по размерам близких к стружкам, снимаемым при нанесении подновок (см. „Лесохимическая промышленность“ № 8, стр. 9, 1934 г.).

Для проверки этого заключения, а также 1) нахождения математических выражений по определению усилий резания, удобных в производстве, 2) выбора конструкции хака с наилучшими показателями в части расхода усилий на резание, 3) установления коэффициента резания и усилий, затрачиваемых на резание хаком, было поставлено более широкое исследование работы хаков в производственных условиях и в лаборатории.

Эксперимент проводился на шести деревьях (средних моделях), ранее не подвергавшихся подсочке, по специально разработанной методике. На каждом дереве закладывалось по 4 карры на одной и той же высоте от шейки корня. Количество подновок, наносимых на карру, равнялось 6 при ширине их 180—200 мм и глубине в слое древесины 7—10 мм. Подновки наносились под $\angle \beta = 30$ и 45° . Испытывались 6 хаков, изготовленных из стали У-7 Омутинского завода, и один хак № 23 из стали Златоустовского завода. Конструктивные данные их приводятся в табл. 1.

Таблица 1

№ хака	Общая длина хака в мм	Толщина обушка в мм		Радиус загиба лезвия в мм	Диаметр раструба в мм		Ширина реза		
		в хвостов. части	в головн. части		реза	обушка	Длина загиба щеки	головной части	хвостовой части
1—односторонний	150	2,2	2,8	8,2	20,5	21,0	21,0	22,0	19,0
1а—то же . . .	136	2,1	3,3	9,0	21,0	22,0	20,0	24,0	18,0
2—двусторонний	135	2,5	3,2	8,0	19,0	16,0	17,0	24,0	18,0
2а—односторонний	138	2,0	3,0	7,5	18,0	19,0	19,0	23,5	18,0
3—двусторонний	136	2,5	3,1	6,5	16,0	14,0	19,0	24,0	18,0
3—односторонний	136	1,7	3,0	6,0	15,0	17,0	18,0	24,0	18,0
23—конусный односторонний .	150	2,0	3,6	8,0	18,0	22,0	—	21,0	16,0

Хак № 1 изготовлен белоярскими мастерами быв. треста Уралхимлес. Под закалку нагревался до 780°C . Закалялся в масле с последующим отпуском на чугунной плите при 280°C до фиолетового цвета побежалости. Хаки же № 2, 2а, 3 и 3а изготовлены в Талице кузнецом Долгих. Нагрев при отковке и закалке произво-

дился на горне. Закалка производилась в масле. Отпускание—нагревом перед горном до фиолетового цвета побежалости. Хак № 23 изготовлен в Центральной лаборатории УЗТМ. Закалка при 780°C в масле и отпуск в электрической печи.

Каждый хак после проверки его осевой симметрии, тщательности изготовления, точки и правки включался в работу последовательно на всех модельных деревьях.

Испытания хаков в лесу производились при помощи специальной рукоятки, предложенной М. А. Буриловым, в которой усилие, воспринимаемое хаком и преодолеваемое рабочим, фиксировалось стрелкой пружинного динамометра. Лабораторные испытания проводились на станке А. Е. Золотарева. Снимаемые стружки группировались по деревьям и хакам, заносились в журнал в порядке ведения эксперимента. Обмер и зарисовка поперечных сечений стружек велись в день снятия при соблюдении условий, уменьшающих испарение влаги из них. При этом все измерения велись с выделением коры и древесины (раздельно).

По сечению стружки определялись площадь слоя коры и слоя древесины, периметр резания, толщина и ширина стружки, а затем вычислялись процентное содержание в ее сечении коры и древесины и коэффициент резания.

Лучшие показатели по расходу усилий на резание при испытании дали хаки (рис. 1 и 2) с широким раструбом и средней конусностью (№ 1 и 1а) в силу того, что снимаемая ими стружка имела свободный выход из зева раструба, создавая меньшее давление на внутреннюю поверхность хака. В то же время при малой конусности расположение их под $\angle \beta = 20^\circ$ обеспечивает незначительное трение наружной поверхности хака о материал, чего нельзя сказать о хаках с большой конусностью (№ 23—рис. 7).

Сдавливание раструба конусных хаков приводит к сильному зажатию стружки, в силу чего усилие, затрачиваемое на резание такими хаками,

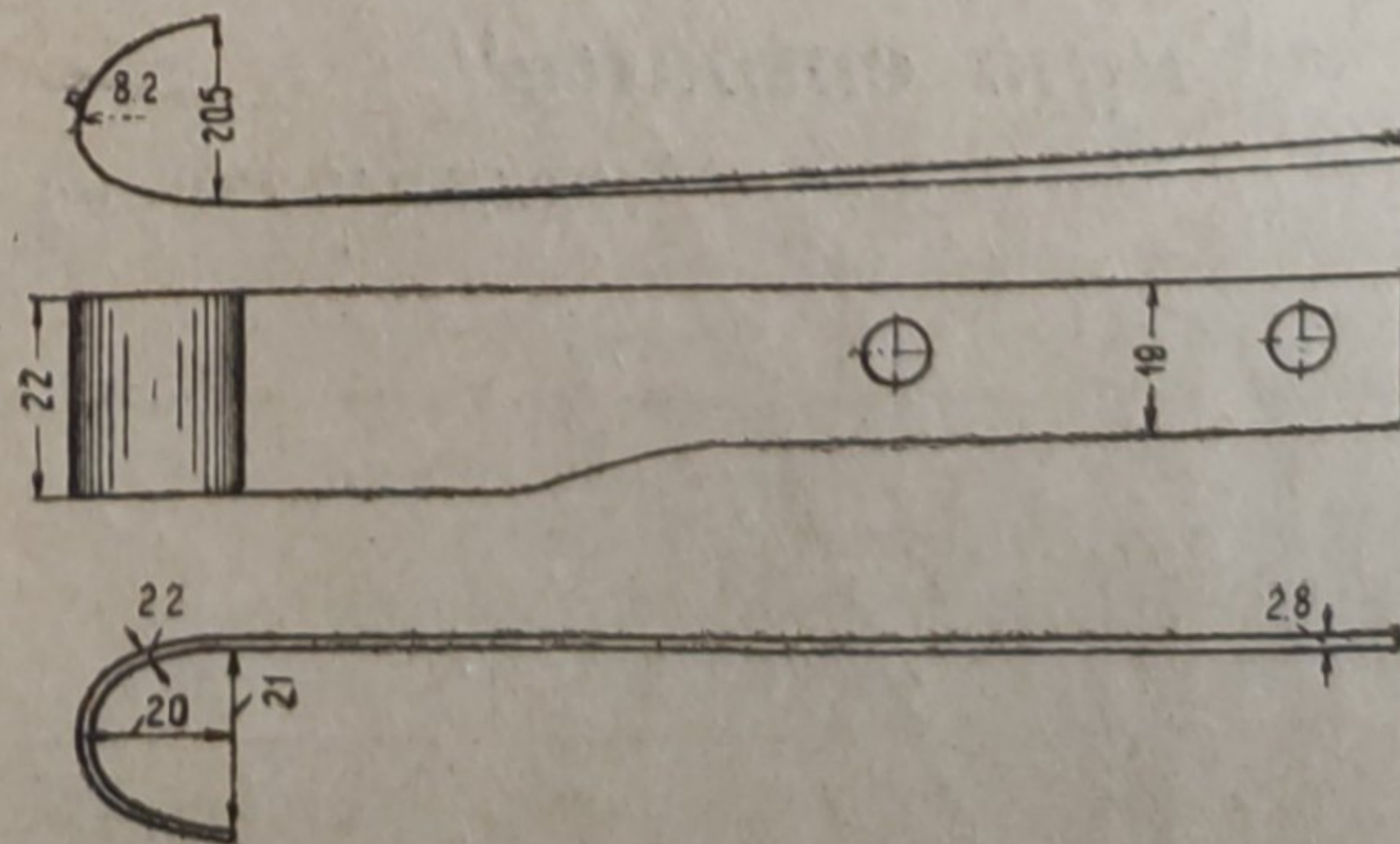


Рис. 1. Хак № 1 белоярка.

* Результаты работы, проведенной в 1934—1935 гг. по заданию ЦНИЛХИ.

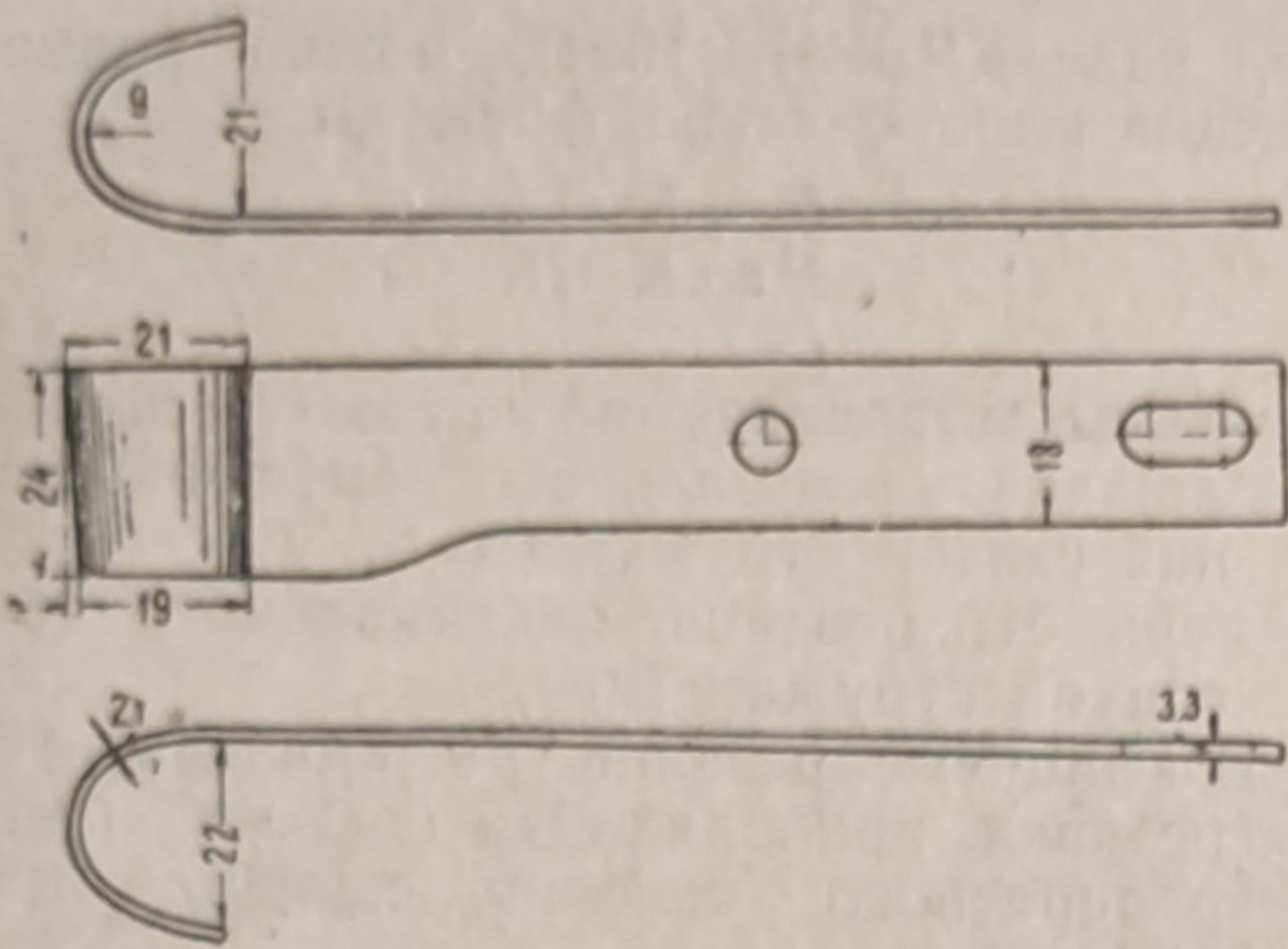


Рис. 2. Хак № 1а

возрастает соответственно уменьшению ширины раструба (№ 2а и особенно № 3а—рис. 4 и 6).

Двусторонние хаки в сравнении с конусными имеют больший угол заострения α , в связи с чем возрастает и передний угол резания, что приводит в свою очередь к возрастанию усилия, затрачиваемого на резание. Из двух двусторонних хаков, использованных в эксперименте, хак № 2 (рис. 3), имеющий более широкое отверстие раструба, занял 5-е место, в то время как хак № 3 (рис. 5), имеющий сдавленный раструб, оказался на последнем месте.

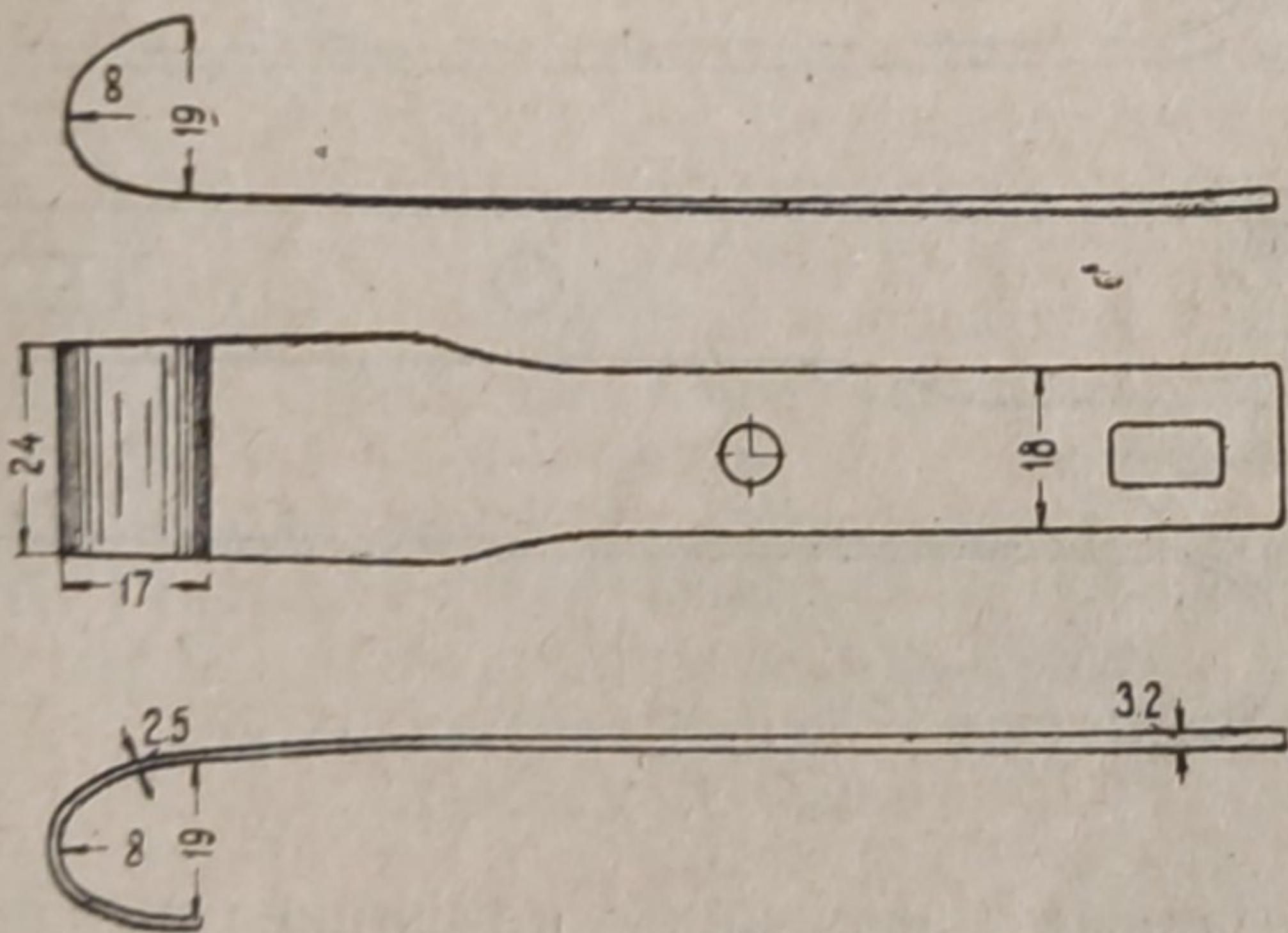


Рис. 3. Хак № 2

Отсюда можно вывести, что наличие широкого выхода из раструба, небольшой угол резания β ($16-20^\circ$) при некоторой конусности хака обеспечивают работу его с меньшей затратой усилий на резание. На усилие резания

также оказывают влияние физико-механические свойства древесины. Из четырех испытанных деревьев лучшими техническими свойствами обладало дерево № 2, затем № 5, 6 и 3 как в части объемного веса, процента летней части древесины, так и в части коэффициента крепости (табл. 2).

Коэффициент резания K в некоторых случаях, например хак № 1а, почти полностью следует изменениям технических свойств древесины, имея при $\angle E = 30^\circ$ наивысшее значение в случае резания дерева № 2. Отсюда усилие, затрачиваемое на резание хаком, возрастает с повышением физико-механических свойств дерева.

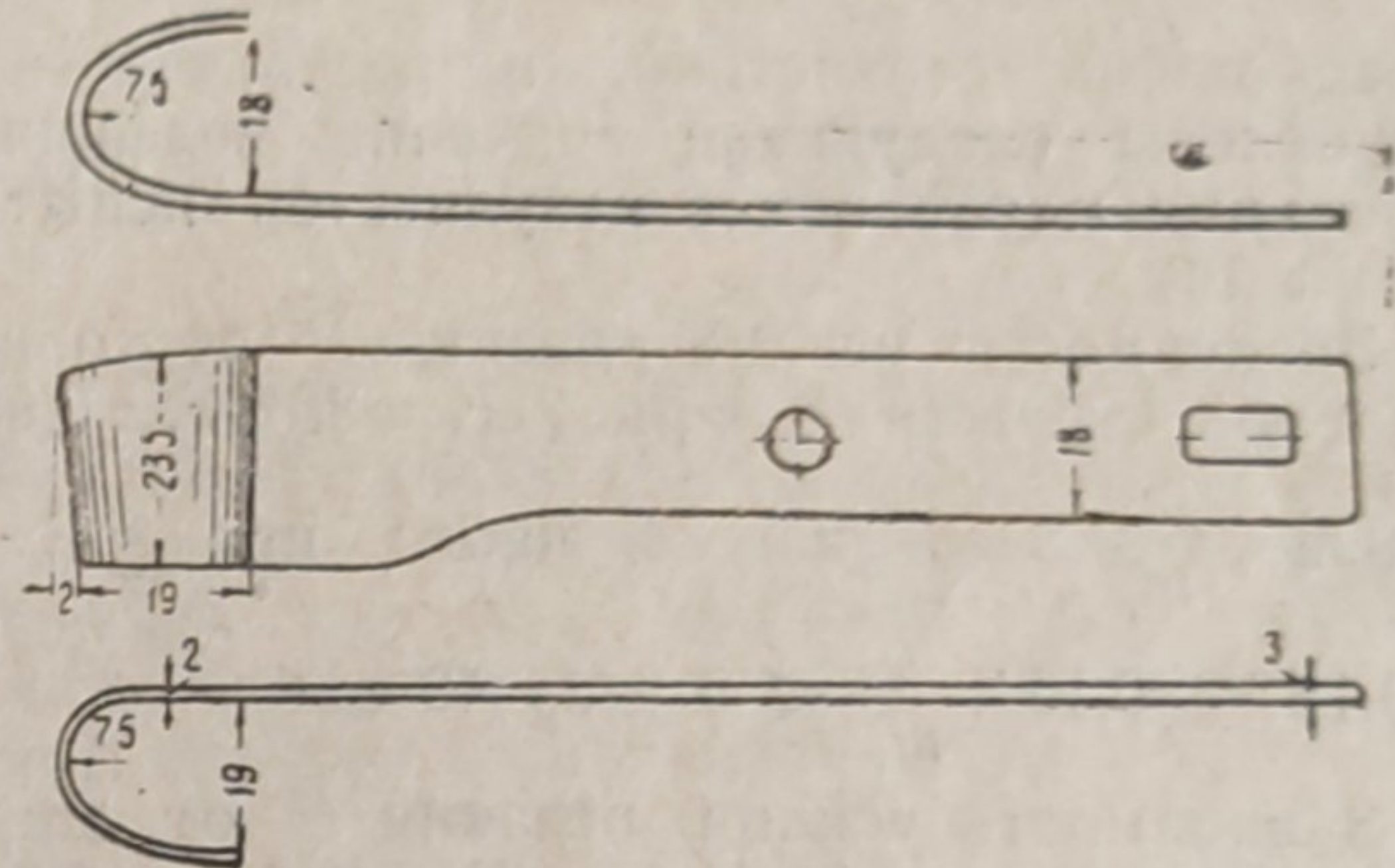


Рис. 4. Хак № 2а

Изменение угла наклона линии резания к направлению волокон вызывает повышение коэффициента резания, а следовательно и увеличение усилия, затрачиваемого на резание. Поэтому работа хака под $\angle E = 30^\circ$ требует при прочих равных условиях меньшего усилия резания, чем работа хака под $\angle E = 45^\circ$. В то же время усилие, затрачиваемое на резание, изменяется в зависимости от расположения лезвия хака по отношению к волокнам. Чем больший участок режущей части лезвия перемещается в плоскости волокон, тем меньшее усилие необходимо на резание. Регулировку работы хака по видимому легче вести при работе под $\angle E = 45^\circ$, почему в условиях эксплуатации хака наименьшее усилие на резание прикладывается рабочим при резании под $\angle E = 45^\circ$.

Для установления наличия зависимости изменения усилия резания от размеров снимаемых стружек полученный материал обработан методом

Характеристика технических свойств древесины модельных деревьев
(в воздушно-сухом состоянии)

Таблица 2

№ деревьев	% летней древесины	Объемный вес	$K_{сж \parallel}$	$K_{сж \perp T}$	$K_{сж \perp P}$	$K_{из \perp P}$	$K_{из \perp T}$	$K_{ск \parallel P}$	$K_{ск \parallel T}$	$K_{рс \parallel}$	$K_{рс \perp}$
2	Заболонь 32,88	0,607	4,25	1,06	0,51	9,68	9,42	1,00	1,11	14,03	0,16
3	21,48	0,462	3,34	0,60	0,44	8,39	8,14	1,06	0,90	11,59	0,12
5	28,05	0,538	3,85	0,66	0,45	9,55	8,65	1,02	0,83	11,32	0,15
6	22,66	0,520	3,09	0,72	0,55	8,83	8,55	0,82	0,82	11,83	0,12
Среднее .	26,27	0,531	3,64	0,76	0,49	9,11	8,69	0,97	0,92	12,19	0,14

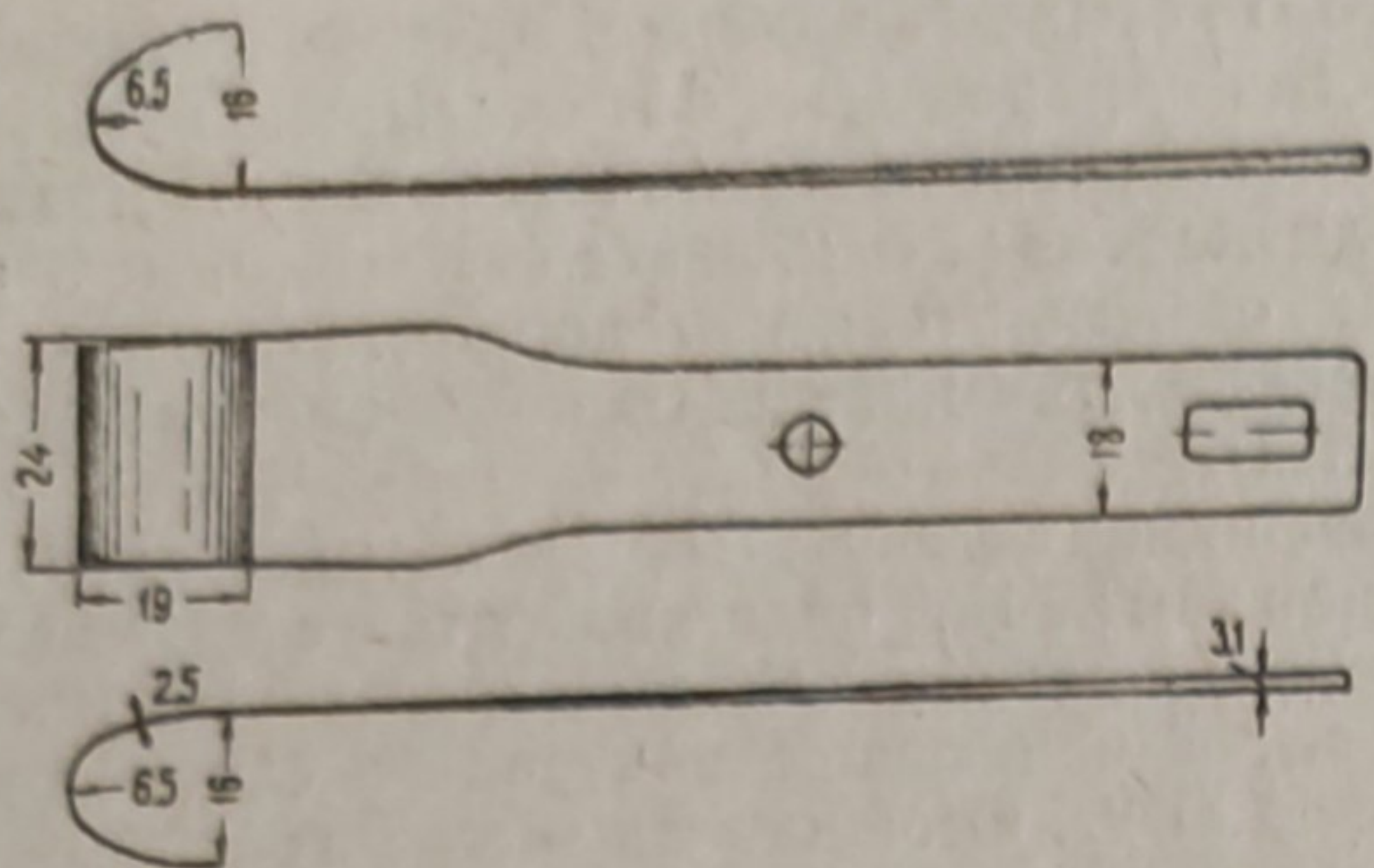


Рис. 5. Хак № 3

вариационной статистики, в результате чего установлены следующие значения коэффициента корреляции r (обработка результатов испытания хака № 1а).

1. Зависимость усилия резания P от толщины снимаемой стружки h : при $\angle E = 30^\circ$ $r = 0,685 \pm 0,0926$, $\frac{r}{m_r} > 3$ — из 33 набл.; при $\angle E = 45^\circ$ $r = 0,157 \pm 0,154$, $\frac{r}{m_r} < 3$ — из 40 набл.

2. Зависимость усилия резания P от ширины снимаемой стружки b : при $\angle E = 30^\circ$ $r = 0,555 \pm 0,122$, $\frac{r}{m_r} > 3$ — из 32 набл.; при $\angle E = 45^\circ$ $r = 0,300 \pm 0,146$, $\frac{r}{m_r} < 3$ — из 39 набл.

3. Зависимость усилия резания P от площади поперечного сечения стружки f : при $\angle E = 30^\circ$ $r = 0,733 \pm 0,0832$, $\frac{r}{m_r} > 3$ — из 31 набл.; при $\angle E = 45^\circ$ $r = 0,472 \pm 0,126$, $\frac{r}{m_r} > 3$ — из 38 набл.

4. Зависимость усилия резания P от периметра снимаемой стружки l : при $\angle E = 30^\circ$ $r = 0,704 \pm 0,0905$, $\frac{r}{m_r} > 3$ — из 31 набл.; при $\angle E = 45^\circ$ $r = 0,4025 \pm 0,136$, $\frac{r}{m_r} \cong 3$ — из 38 набл.

Наибольшей достоверностью может пользоваться зависимость усилия резания от площади поперечного сечения снимаемой стружки или периметра его. Отсюда естественно делать вывод, что при определении усилия, расходуемого на резание хаками, помимо теоретического подсчета по уравнениям (544) и (553), предложенным проф. М. А. Дешевым (Механическая технология

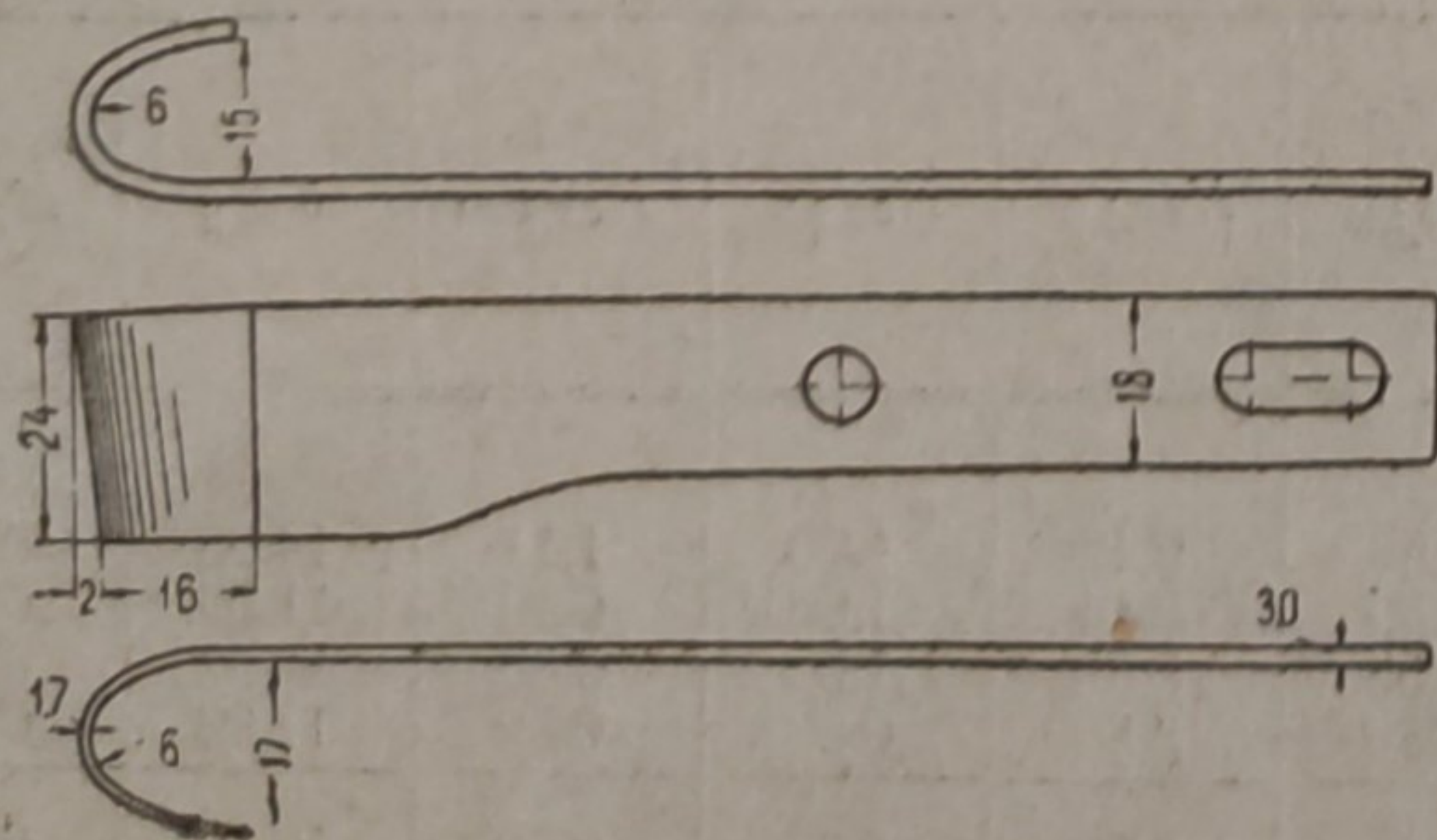


Рис. 6. Хак № 3а

дерева, изд. КУБУЧ, 1934), можно применить следующие эмпирические формулы:

$$P = K \cdot f, \quad (1)$$

$$P = K_1 \cdot \Pi, \quad (2)$$

где:

P — усилие, затрачиваемое на резание хаком (кг),
 f — площадь максимального поперечного сечения снятой стружки (мм^2),

Π — периметр резания максимального сечения снятой стружки (мм),

K — коэффициент резания по площади — усилие резания, приходящееся на 1 мм^2 площади поперечного сечения снятой стружки (кг/мм^2),

K_1 — коэффициент резания по периметру — усилие резания, приходящееся на 1 мм периметра резания поперечного сечения снятой стружки (кг/мм).

Для хаков типа № 1 и 1а с широким раструбом и небольшой конусностью при подсочке сосны могут быть приняты следующие коэффициенты резания:

$\angle E$	K (кг/мм ²)	K_1 (кг/мм)	$h_{\text{ср}}$ (мм)	$b_{\text{ср}}$ (мм)
30°	0,30—0,33	1,6—1,65	8,5—9,0	14—15
45°	0,35—0,40	1,8—1,85	7,0—7,5	13—15

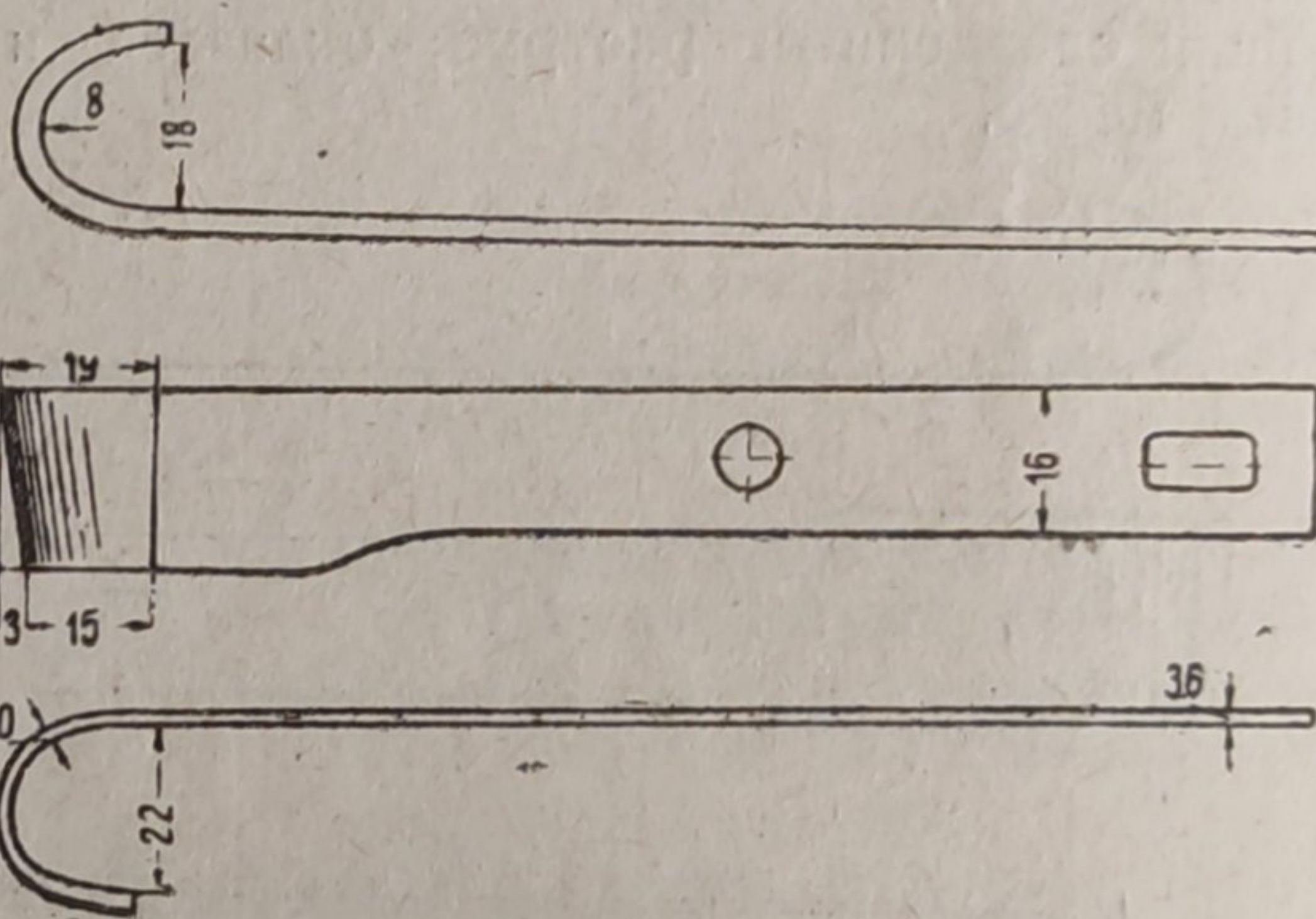


Рис. 7. Хак № 23

Указанные значения коэффициента резания остаются в силе преимущественно для однотипных стружек. Изменения их формы и размеров (b и h) могут несколько снизить точность определения усилия резания по эмпирическим формулам. Помимо того на величину коэффициента резания оказывает влияние и процент содержания древесины в снятых стружках. Для иллюстрации указанного положения приведем в виде примера результаты испытания хака № 1а в лабораторных условиях.

$\angle E$	30°	35°	40°	45°
K	0,390	0,421	0,447	0,455
% дрв.	56	51	40	37
K_1	1,842	2,147	2,255	1,905
% дрв.	80	80	76	64

Интенсивность роста значений K и K_1 , как мы видим, с повышением $\angle E$ снижается за счет снижения процента содержания древесины.

Для определения усилия, затрачиваемого на резание хаком при подсочке, по уравнениям проф. М. А. Дешевого необходимо иметь следующие данные:

1. Угол резания β , который сложится из угла

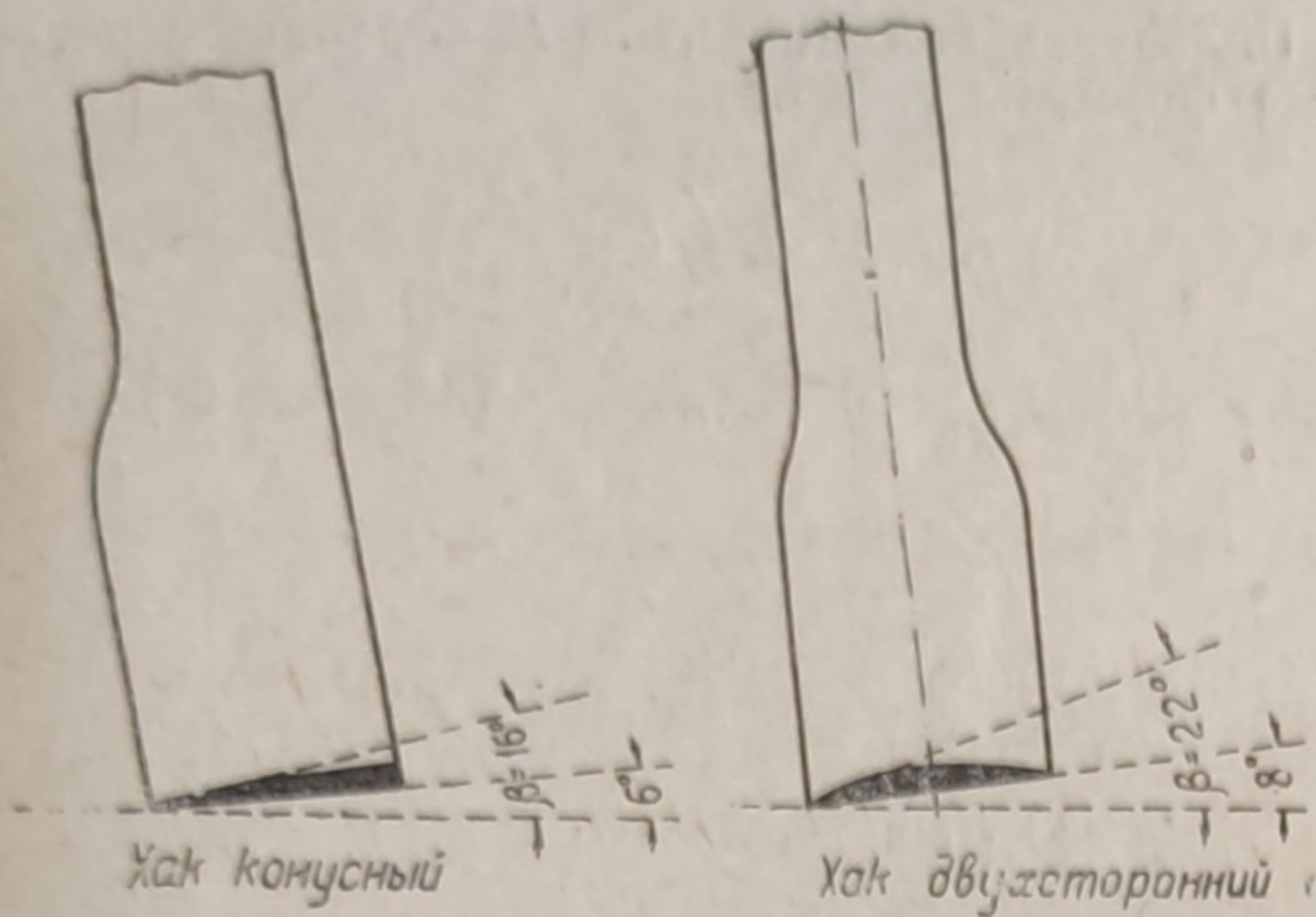


Рис. 8. Углы резания для лезвия хака

заострения реза α и угла наклона его в плоскости резания (рис. 8).

2. Коэффициент трения f , который может быть принят в пределах 0,5—0,65, причем в случае конусных хаков с широким раструбом величина его имеет меньшее значение, чем в случае хаков с узким раструбом.

3. Коэффициенты крепости древесины, которые можно определить по диаграмме изменений коэффициентов крепости сосны и изменений $\angle E$ (рис. 9). Коэффициент крепости при составлении данной диаграммы определен при 15% влажности, почему при переходе к древесине растущего дерева надо вводить поправочный коэффициент $m = 0,6-0,7$, так как с повышением влажности коэффициент крепости дерева снижается.

4. Размеры снимаемых стружек; при определении ширины их b и высоты h в миллиметрах (рис. 10) необходимо пользоваться средними величинами, учитывая фактическое b как основу. По нашим наблюдениям, произведения средних значений h и b в большинстве случаев дают площадь,

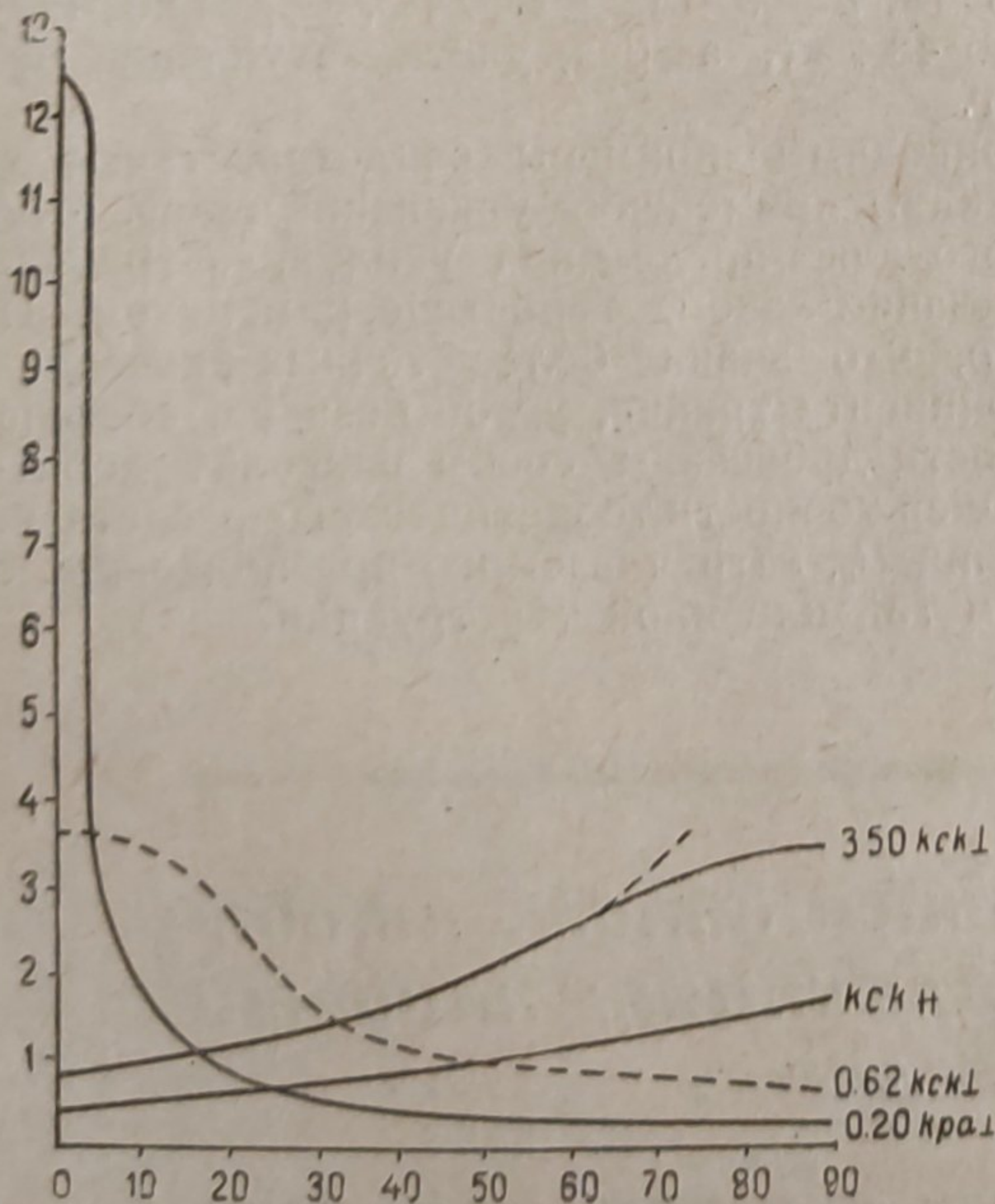


Рис. 9. Диаграмма изменения коэффициента крепости дерева в связи с изменением E от 0 до 30°

близкую к площади поперечного сечения снятой стружки.

Имея значения этих величин и приняв поперечное сечение снимаемых стружек за прямоугольник, а в этом прямоугольнике лишь две взаимно перпендикулярные стороны равными периметру, производим расчеты по указанным выше уравнениям (544) и (553).

Наличием коры в стружке можно пренебречь, так как коэффициент резания K для коры на 20—25% ниже коэффициента K для древесины, что может дать лишь некоторый запас расчетного усилия.

Сначала определяется глубина внедрения реза δ при условии работы одной лишь горизонтальной режущей кромки bd по уравнению (544):

$$K_{скн} = \frac{\delta^2 \operatorname{tg} \beta}{2} \left(\frac{1 - f \operatorname{tg} \beta}{\operatorname{tg} \beta + f} + 0,35 \right) \cdot \left(l + \frac{\delta}{3} \right) \cdot b =$$

$$= K_{рсн} \frac{l^2}{3} \cdot b + K_{сн} \frac{\delta^2}{3} (3h - 2\delta \cdot \operatorname{tg} \beta),$$

которое справедливо при условии, что $\delta \operatorname{tg} \beta < h$ и выведено из предположения первоначального разрушения стружки отрывом или отщепом. Величина l в этом уравнении определяется из вспомогательного уравнения:

$$l = \delta \cdot \operatorname{tg} \beta.$$

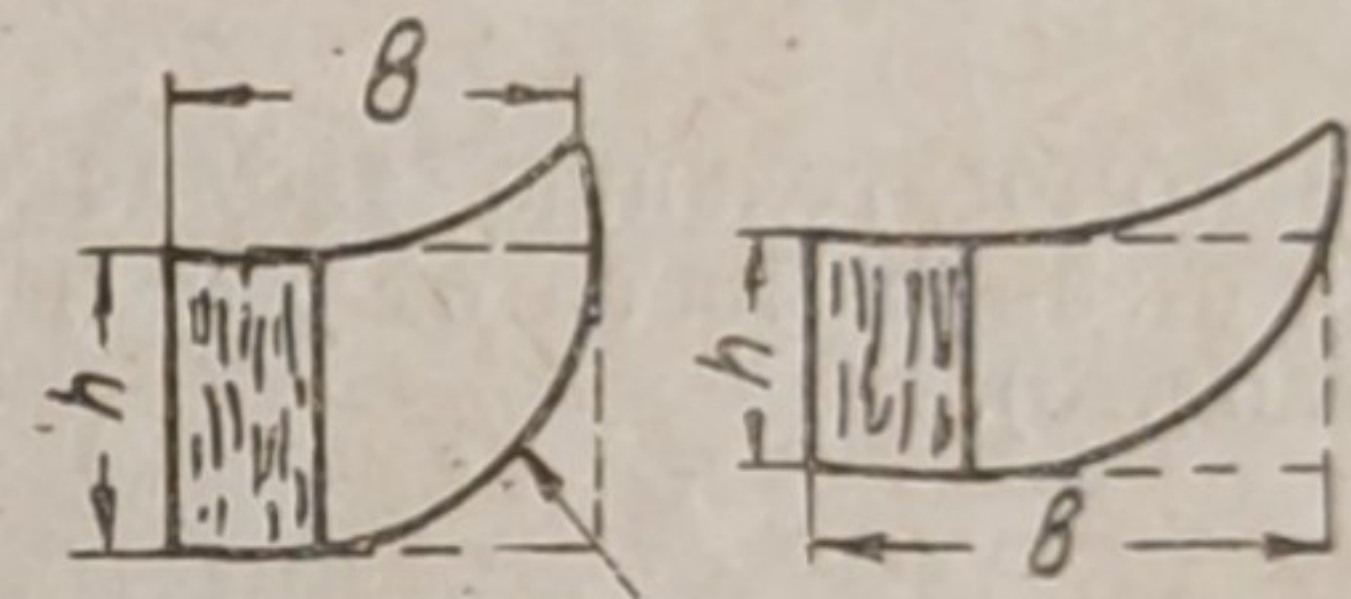


Рис. 10. Графическое определение средних размеров стружки, снятой в лесу

При значительных размерах h величина $\delta \operatorname{ctg} \beta$ всегда меньше h , так как $\angle \beta$ весьма мал (16—20°) а δ — глубина первоначального внедрения реза в материал, по достижении которой наблюдается отрыв стружки от обрабатываемого материала, — не превосходит 5—7 мм даже при самых малых величинах $\angle \beta$.

На этом основании уравнение (544) для всех случаев работы хака может быть принято основным.

Для определения глубины распространения отщепы используем уравнение

$$l_1 = \frac{K_{рсн} \cdot h^2}{6 \cdot P_2} =$$

$$= \frac{K_{рсн} \cdot h^2}{6 \cdot K_{скн} \frac{\delta^2 \operatorname{tg} \beta (1 - f \operatorname{tg} \beta + 0,35)}{2 (\operatorname{tg} \beta + f)}} \quad (97)$$

Учет боковой работающей кромки cd выразится в определении новой величины глубины внедрения реза δ_1 из уравнения:

$$K_{скн} \frac{\delta_1^2 \operatorname{tg} \beta}{2} \left(\frac{1 - f \operatorname{tg} \beta}{\operatorname{tg} \beta + f} + 0,35 \right) \cdot \left(l_1 + \frac{\delta_1}{3} \right) \cdot b =$$

$$= \frac{1}{2} \left\{ K_{скн} h \cdot l_1^2 + K_{скн} \frac{\delta_1^2 \cdot \operatorname{tg} \beta}{2} \cdot 0,35f \left[3l_1 + \right. \right.$$

$$\left. \left. + \frac{2\delta_1}{3} \cdot \frac{3h - 2\delta_1 \cdot \operatorname{tg} \beta}{2h - \delta_1 \cdot \operatorname{tg} \beta} \right] \right\} \quad (553)$$

Вторая часть этого уравнения имеет общий множитель $\frac{1}{2}$, потому что из двух боковых площадок, для учета которых выведено уравнение (553), работает в нашем случае лишь одна.

Усилие резания, приходящееся на 1 мм ширины рабочей части лезвия хака, определится из уравнения:

$$P = \frac{K_{ск II}}{l_0} \left(\frac{\delta_0^2}{2} + \frac{\delta_0^3}{6} \cdot \operatorname{tg} \beta \right),$$

где $l_0 = \delta_0 = \delta + \delta_1$, так как в уравнении (553) при определении δ_1 всюду введено ранее определенное значение первоначального отщепы l_1 .

Для получения полного усилия, расходуемого на резание хаком, в личину усилия P надо умножить на ширину снимаемой стружки b мм и, учитывая возможное затупление реза, полученный результат увеличить на 10%.

Для облегчения указанного выше расчета можно использовать работу аспиранта ЛТА по кафедре механической технологии дерева Г. А. Джабуа, введя некоторые упрощения в вышеприведенные формулы.

Обозначая

$$\frac{\operatorname{tg} \beta}{2} \left(\frac{1 - f \operatorname{tg} \beta}{\operatorname{tg} \beta + f} + 0,35 \right) = B,$$

составим вспомогательную табличку различных значений B в зависимости от $\angle \beta$ и коэффициента трения f (табл. 3).

Таблица 3

Значения вспомогательного коэффициента

$$B = \frac{\operatorname{tg} \beta}{2} \cdot \left(\frac{1 - \operatorname{tg} \beta}{\operatorname{tg} \beta + f} + 0,35 \right)$$

$\angle \beta$	$\operatorname{tg} \beta$	$f = 0,5$	$f = 0,6$	$f = 0,7$
15	0,269	0,198	0,177	0,157
16	0,487	0,206	0,184	0,163
17	0,306	0,214	0,192	0,170
18	0,325	0,222	0,198	0,179
19	0,344	0,229	0,204	0,185
20	0,364	0,236	0,211	0,191
21	0,384	0,243	0,217	0,197
22	0,404	0,249	0,222	0,202
23	0,424	0,254	0,229	0,206
24	0,445	0,261	0,234	0,211
25	0,466	0,267	0,239	0,216

Пользуясь коэффициентом B , перепишем расчетные формулы еще раз:

$$\begin{aligned} \text{a) } & K_{ск II} \delta^2 \cdot B \left(l + \frac{\delta}{3} \right) \cdot b = \\ & = K_{рс \perp} \frac{l^2}{3} \cdot b + K_{ск II} \frac{\delta^2}{3} \cdot (3h - 2\delta \cdot \operatorname{tg} \beta), \end{aligned}$$

где $l = \delta \cdot \operatorname{tg} \beta$;

$$\text{b) } l_1 = \frac{K_{рс II} \cdot h^2}{6 \cdot K_{ск II} \cdot \delta^2 \cdot B};$$

$$\begin{aligned} \text{c) } & K_{ск II} \cdot \delta_1^2 \cdot B \left(l_1 + \frac{\delta}{3} \right) \cdot b = \\ & = \frac{1}{2} \left\{ K_{ск II} \cdot h \cdot l_1^2 + K_{ск II} \frac{\delta_1^2 \cdot \operatorname{tg} \beta}{2} \cdot 0,35 \cdot f \left[3l_1 + \right. \right. \\ & \left. \left. + \frac{2\delta_1}{3} \cdot \frac{3h - 2\delta_1 \cdot \operatorname{tg} \beta}{2h - \delta_1 \cdot \operatorname{tg} \beta} \right] \right\}; \end{aligned}$$

$$\text{d) } l_0 = \delta_0 = \delta + \delta_1;$$

$$\text{e) } P = \frac{K_{ск II}}{l_0} \left(\frac{\delta_0^2}{2} + \frac{\delta_0^3}{6} \cdot \operatorname{tg} \beta \right);$$

$$\text{f) } P_0 = 1,1 \cdot P \cdot b.$$

Средняя величина усилия резания, полученная при динамометрировании в лесу, и площади поперечного сечения снятых стружек $f = 110 - 125 \text{ мм}^2$, равнялась 40-41 кг. Толщина снятых стружек в среднем равнялась 8-9 мм, а ширина - 14 мм. Если задаться шириной $b = 15 \text{ мм}$, $h = 9 \text{ мм}$, $\angle E = 30^\circ$, $\angle \beta = 20^\circ$ и $f = 0,6$, то значение усилия резания P_0 будет равно 43,6 кг, а без учета 10% на затупление реза - 39,7 кг. В случае, если $b = 14 \text{ мм}$, $h = 10 \text{ мм}$, $\angle E = 45^\circ$, $f = 0,6$ и $\angle \beta = 20^\circ$, P_0 будет равно 51,8 кг, а без учета 10% на затупление - 47,1 кг. При $b = 15 \text{ мм}$, $h = 9 \text{ мм}$, $\angle E = 45^\circ$, $\angle \beta = 20^\circ$ P_0 будет равно 48,4 кг, а без учета затупления реза - 44 кг.

Приводимые примеры свидетельствуют о возможности применения уравнения проф. М. А. Дешевого для определения усилий, затрачиваемых на резание хаком, теоретическим путем. Несомненно, что знание более точных значений для коэффициента трения, углов резания, коэффициента крепости древесины сосны позволит добиться и большей точности теоретического расчета усилия резания P_0 , затрачиваемого при подновках сосны хаком той или иной конструкции.

„Сейчас задача заключается в том, чтобы обогатить стахановскую практику плодами научной и технической мысли“

(С. ЛОБОВ, Речь на общем собрании инж.-техн. работников 3 декабря с/г.).

(Из газ. „Лесн. пром.“ от 7/XII 1935 г., № 170)

О переработке жидких дистиллатов сухой перегонки дерева по методу Брюстера—Бэджера на Ашинском лесохимическом комбинате

Сообщение 2-е «О переработке спирта-сырца и его фракции на периодических ректификационных аппаратах»*

В. П. Сумароков
(ЦНИЛХИ)

Разработанная фирмой Бэджер схема переработки спирта-сырца, полученного на деалкоголайзере, состоит из следующих операций:

- 1) разбавление водой, нейтрализация и отстаивание,
- 2) разгонка на фракции на ректификационном аппарате периодического действия,
- 3) разбавление укрепленного спирта водой,
- 4) разгонка разбавленного укрепленного спирта на непрерывно действующем 4-колонном аппарате для разделения на метиловый спирт и метил-ацетон и отделения масел с применением очистки химикатами.

Аппаратурная схема переработки спирта приведена в нашей книге «Первенец индустриальной лесохимии» (стр. 66).

Не представляя чего-либо принципиально нового, неизвестного в той или иной мере нашим техникам, работавшим по очистке древесного спирта, все же процесс переработки спирта-сырца на товарные продукты по схеме Бэджера весьма поучителен для нас как пример осуществления установки, отличающейся большой производительностью, хорошим разделением продуктов, компактностью расположения и легкостью регулировки процесса.

Тем не менее установка в целом не лишена и некоторых недостатков, обнаруживаемых постепенно в процессе эксплуатации. Так например установка не приспособлена для выделения товарного алилилового спирта, для четкого отделения всплывающих при рассиролке спирта-сырца масел и их дальнейшего использования (как и масел с деалкоголайзера) и т. д.

Ниже будут освещены главнейшие моменты, характеризующие процесс переработки спирта-сырца и его фракций по данным обследования химцеха бригадой ЦНИЛХИ в период с I/IX 1934 г. по 17/II 1935 г.

Полученные данные показывают кроме характеристики процесса, сложившегося в период освоения завода, еще возможности его рационализации и повышения эффективности использования импортной аппаратуры.

I. Заводский метод переработки спирта-сырца на периодически действующих аппаратах

Получаемый на обесспиртовывающем аппарате крепкий спирт-сырец из сборного бака № 23 подается насосом в сиропники и там рассиропливается водой до 30° по Траллесу с перемешиванием при помощи насоса. Затем спирт-сырец нейтрализуется раствором каустика крепостью 10—12° Вё, количество которого берется по кислотности рассиропленного спирта, обычно в тройном размере против теоретически необходимого. После заливки раствора каустика и нового перемешивания насосом нейтрализованному спирту дают отстаиваться для отделения масел, после чего отстоенный спирт загружается в один из двух периодических аппаратов, состоящих каждый из железного куба емкостью около 26 500 л и медной колонны диаметром 914 мм с 30 тарелками колпачкового типа. После прогрева куба в продолжение 2—3 час. в фонаре показывается дистиллат, который в течение первых 15—30 мин. направляется обратно в куб, пока не станет прозрачным. С этого момента дистиллат направляется в бак № 18 (или 19), предназначенный для сбора легких древесных масел (ЭДМ и ЛДМ). Первая фракция спирта-сырца (ЭДМ-сырец) отгоняется обычно при весьма малой флегме (по заводской инструкции даже совсем без флегмы). Границей первой фракции со второй является прекращение всплывания масел при пробе дистиллата с водой в отношении 1:1. Принятые на заводе температурные границы первой фракции 48—55° Ц. Второй фракцией является ацетонистый спирт (метил-ацетон), направляемый в бак № 7 или № 8. Температурные границы второй фракции

55—62°. Содержание ацетона в нем контролируется пробой с 30-процентным раствором NaOH в отношении 1:2. Если проба показывает всплывание со щелочью больше 45% и с водой не дает никакой мути, дистиллат направляется в бак № 7, служащий для сбора товарного ацетонистого спирта. Если же дистиллат показывает муть, то он направляется в бак № 8, служащий для сбора нетоварного ацетонистого спирта, хотя бы проба с раствором NaOH показывала всплывание и более 45%. Головная подфракция ацетонистого спирта, показывающая муть или всплывание масел, носит название у цехового персонала «ацетонистого спирта с маслами». Фракция, идущая после товарного ацетонистого спирта и дающая всплывание с раствором щелочи меньше 45%, носит название «слабого ацетонистого спирта» и направляется также в бак № 8, хотя с водой она и не дает уже никакой мути. После того как всплывание с раствором щелочи понизится до 5%, дистиллат переводится в бак № 4, служащий для сбора фракции укрепленного спирта. Отгонка этой фракции ведется с усиленной флегмой (по заводской инструкции кратность флегмы при этой фракции равна 6, в то время как при ацетонистой фракции она равна 4). Крепость по Траллесу этой фракции обычно равна 97—98°. Температурные границы фракции 62—67° Ц. Фракция укрепленного спирта отбирается до тех пор, пока крепость спирта не начнет падать. При падении крепости до 90° Траллеса и при повышении температуры паров перед дефлегматором до 67° Ц дистиллат переводится в бак № 17, служащий для сбора фракции сырого алилилового спирта. Кратность флегмы при отборе этой фракции поддерживается равной 4. Когда температура паров перед дефлегматором повысится до 90° Ц, погон переводится в бак № 15, служащий для сбора алилиловых масел.

К концу гонки в фонаре наблюдается обычно расслоение дистиллата на слой масел и водный слой. Когда температура паров повысится до 97—98° Ц и крепость дистиллата упадет приблизительно до 10° по Траллесу, гонку прекращают. После некоторого остывания куба остаток выпускают в сточную канализацию, и колонну промывают водой. Продолжительность отгонки фракций по этому режиму составляет 27—28 час., а с разогревом, пуском аппарата и спуском остатка — примерно 32—33 часа.

Выхода отдельных фракций из спирта-сырца при работе по заводскому режиму и характеристика их были установлены бригадой ЦНИЛХИ в специально проведенных гонках № 6, 11, 16, 19, 20 и 23. При проведении гонки № 19 вместо раствора каустика было применено для нейтрализации известковое молоко (см. далее).

Выхода фракций при разгонке спирта-сырца по режиму завода приведены в литрах и в процентах от полученного дистиллата в табл. 1 (стр. 10).

Получавшаяся при перегонке спирта-сырца фракция ЭДМ с удельным весом 0,888—0,896 состояла на 60—80% из эфиров и кетонов, причем в некоторых гонках несколько преобладали эфиры, в других — кетоны, и имела всплываемость при пробе с водой в отношении 1:1 от 23 до 50% и с раствором NaCl в отношении 1:2 — 64—74%.

Аналитические данные для характеристики фракции ацетонистого спирта были приведены нами в статье «О влиянии содержания эфиров на удельный вес ацетонистого спирта»¹.

Данные по анализу образцов фракции укрепленного спирта приводим в табл. 2. Из нее вытекает, что укрепленный спирт, получаемый при заводском режиме, содержит обычно 7—8% ацетона.

Дополнением к этим данным может служить рис. 1 — диаграмма, показывающая характер разгонки по Энглеру средних проб фракций, полученных при операции № 19.

* Сообщение 1-е «О работе деалкоголайзера» см. «Лесохим. промышленность», 1935, № 6 и 7.

¹ «Лесохим. промышленность», 1935, № 9, стр. 18.

Таблица 1

Выхода фракций при разгонке спирта-сырца по режиму завода

№ операций	Количество загрузки в л	Количество дистиллата в л и %	Среднее колич. дистиллата в 1 ч. в л	Фракции (в литрах и процентах)					
				ЭДМ	ацетонистый с маслами	ацетонистый товарный	ацетонистый слабый	укрепленный	аллиловый
6	17 411	8 280 100%	215	626 7,6%	646 7,8%	530 6,4%	1 848 22,3%	3 197 38,6%	1 433 17,3%
11	19 035	6 066 100%	212	706 11,6%	322 5,3%	952 15,7%	1 170 19,3%	2 124 35,0%	792 713,1%
16	17 388	4 997 100%	185	650 13,0%	807 16,2%	413 8,2%	725 14,5%	1 927 37,6%	475 9,5%
19*	16 066	5 323 100%	200	652 12,3%	323 6,1%	823 15,5%	788 14,8%	2 134 40,0%	603 11,3%
20**	17 471	6 155 100%	190	615 10,0%	622 10,1%	1 165 18,9%	943 15,3%	1 750 28,4%	1 060 17,3%

* Нейтрализация известковым молоком и 3-суточное отстаивание.
** Операция проведена с усиленной дефлегмацией.

I'. Опыты рационализации разгонки спирт-сырца

В целях изыскания наилучшего режима аппарата бригадой был проведен ряд опытов по разгонке спирта-сырца по схеме, опубликованной в журнале «Лесохимическая промышленность», в статье С. П. Насакина¹.

Таблица 2

Аналитическая характеристика укрепленного спирта, полученного из спирта-сырца перегонкой по заводскому режиму

№ операций	Удельный вес	Крепость по Трал-лесу	Содержание			Проба с водой в отношении 1:1
			эфиров	кетон	кислот	
6	0,809 ₁₄	97,2	2,38	7,94	0,03	Прозрачный
16	0,815 ₁₄₋₆	95,7	1,40	7,40	0,02	"
19	0,812 ₁₆	95,7	1,97	7,53	0,02	"
20	0,813 ₁₈	96,5	1,70	7,15	0,05	"

Главная особенность предложенного метода состоит в разгонке крепкого спирта-сырца без предварительного разбавления водой и в применении пуска воды на верх ректификационной колонны перед фракцией укрепленного спирта. Пуск воды должен обеспечить лучшую отгонку масел и лучшее разделение ацетона и метилового спирта, как это указывает Швицер². Деление на фракции при этом было намечено тоже несколько другое, чем при работе по заводскому режиму:

I фракция — ЭДМ I от начала гонки до всплывания с водой 60% при пробе в отношении 1:1.

II фракция — собирается с подачей воды на колонну и имеет 3 подфракции:

а) до всплывания с водой в 60% (нами условно обозначалась ЭДМ Ia),

б) до всплывания с водой в 30% (нами условно обозначалась ЭДМ IIa),

в) до всплывания с 30%-ным раствором NaOH 5—8% и с 15%-ным раствором NaCl 0%.

IV фракция — укрепленного спирта до крепости 90° Тр.

V фракция — аллилового спирта до температуры внизу колонны 101° Ц и крепости спирта примерно 30—20° Тр.

По такому режиму бригадой было проведено 6 гонок:

№ 1, 2, 3, 8, 9 и 10. При гонке № 9 кроме того была применена подача дополнительного количества щелочи в куб после отгонки ЭДМ. Гонка № 10 отличалась от предыдущих гонок тем, что при ней не применялась предварительная нейтрализация спирта-сырца (за малой кислотностью), а щелочь подавалась в куб, так же как и в гонке № 9, после отгонки ЭДМ. Количество подаваемой воды в колонну замеру не подвергалось за отсутствием водомеров, но регулировалось таким образом, чтобы уровень в кубе оставался одинаковым, т. е. количество подаваемой воды равнялось бы количеству дистиллата. Выхода отдельных фракций, полученных при этом способе работы, приведены в табл. 3.

При сравнении с выходами, получаемыми при обычном режиме, можно заметить следующие отличия:

- 1) увеличение суммарного выхода ЭДМ на 100—150%,
- 2) уменьшение суммарного выхода ацетонистого спирта на 25—50%,
- 3) выхода укрепленного спирта, считая по 100°-ному спирту (табл. 4), остаются почти без изменения при обоих режимах.

Производительность аппарата, как видно из табл. 1 и 3,

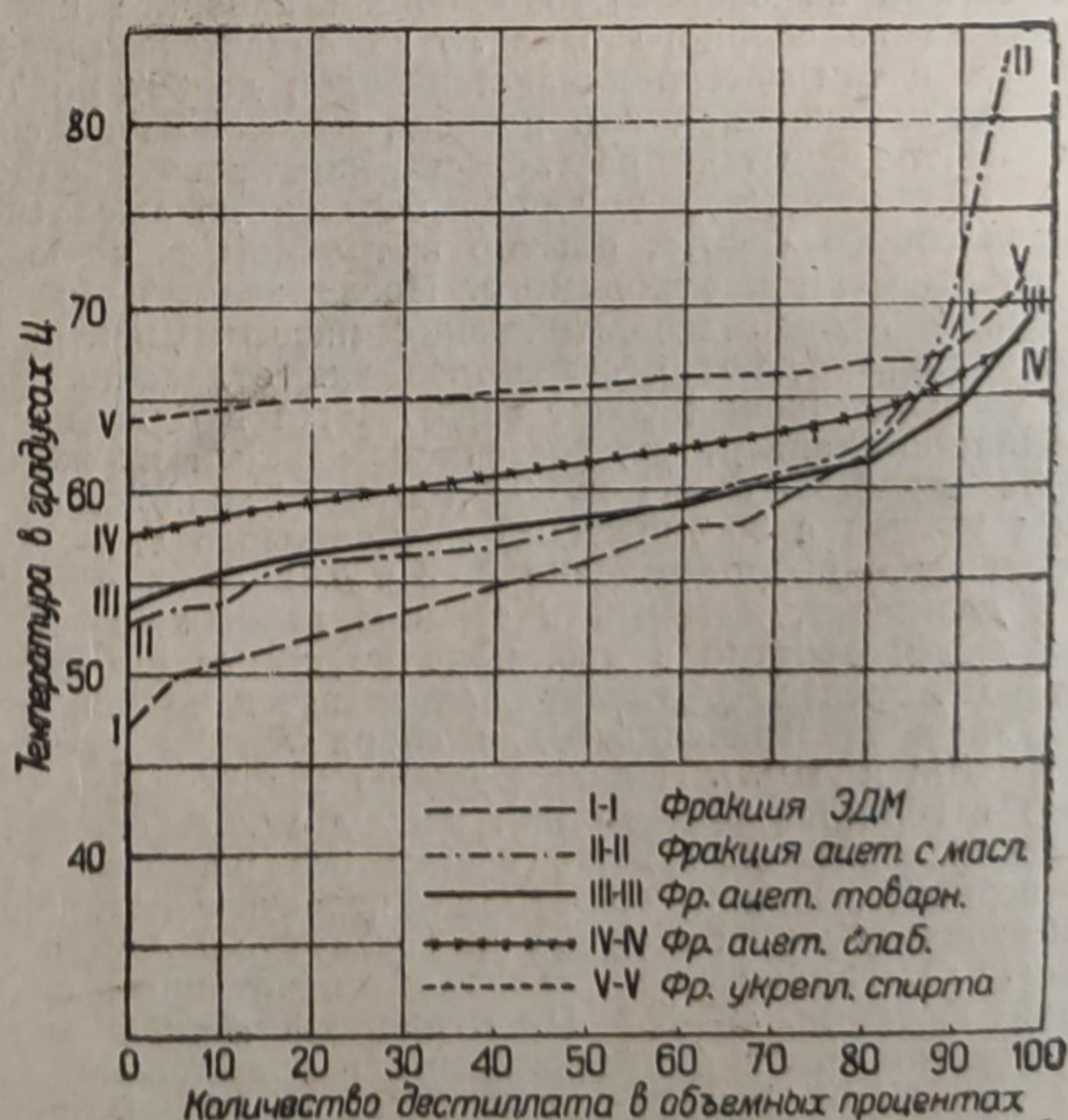


Рис. 1. Характер разгонки фракций, полученных из спирта-сырца, рассироленного до 30° Тр. (операция № 19)

¹ «Лесохим. промышленность», 1934, № 9—10.

² Л. М. Розенфельд, Отделение ацетона от метанола, «Лесохим. промышленность», 1933, № 6 (12).

Таблица 3

Выхода фракции при разгонке спирта-сырца по режиму, предложенному ЦНИЛХИ

№ опера- ций	Количество загрузки в л	Количество дестиллата в л и %	Среднее колич. дестиллата за 1 ч. в л	Ф р а к ц и и (в литрах и процентах)					
				ЭДМ I	ЭДМ II	с подачей воды		укрепленн.	аллиловый
						ЭДМ IIIa	ацетонистый		
1	20 874	14 399 100%	225	—	1 411 9,8%	1 316 9,1%	2 868 20,0%	5 913 41,1%	2 841 20,0%
2	19 204	14 298 100%	216	400 2,8%	1 298 9,1%	1 126 7,8%	3 906 27,3%	4 411 30,9%	3 157 22,1%
3	16 798	12 390 100%	216	936 7,5%	300 2,4%	1 816 14,5%	2 280 18,4%	5 512 44,5%	1 546 12,7%
8	18 387	17 874 100%	213	—	2 618 14,6%	2 829 15,9%	5 266 29,6%	5 843 32,7%	1 318 7,2%
9*	19 213	14 882 100%	192	842 5,7%	1 773 11,9%	4 374 29,4%	577 3,9%	5 524 37,3%	1 762 11,8%
10**	19 704	14 620 100%	186	—	2 437 16,6%	2 989 20,4%	3 242 22,3%	3 948 27,0%	2 004 13,7%

* С дополнительной подачей щелочи в куб после отгонки ЭДМ.

** Без предварительной нейтрализации и с подачей щелочи в куб после отгонки ЭДМ.

при обоих режимах оставалась одинаковой, составляя около 210 л дестиллата в час. Но если учесть время разогрева, спуска остатка и смывки колонны, то производительность будет больше при работе по режиму с крепким спиртом процентов на 15.

Анализы средних проб фракций показали, что фракция ЭДМ IIIa, отгоняемая с подачей воды на колонну, состоит, так же как и фракция ЭДМ при обычном заводском режиме, преимущественно из эфиров и кетонов (в сумме тех и других не менее 50%), имеет удельный вес 0,870—0,893, всплываемость при пробе с водой 1 : 1—40—48% и при пробе с раствором NaCl—56—70%; при разгонке по Энглеру до 70° отгонялось лишь 70% (рис. 2). Анализы ацетонистого спирта показали, что содержание кетонов в нем составляет в среднем из 6 опытов около 24% (колеблется в пределах 13,7—34,4%), содержание эфиров показывало значительные колебания от 4,9 до 16,4% (в среднем 10%), а в опыте № 9 даже 1,7% (влияние залитой после отгонки ЭДМ щелочи).

Особенность полученного ацетонистого спирта заключалась в том, что он давал всплывание масел при пробе с

водой 1 : 1 в размере 3% (с средним по операциям № 2, 3, 9 и 10), 27% в операции № 1 и 16% в операции № 8. Аналитические данные по фракции укрепленного спирта, полученного в операциях с подачей воды, приведены в табл. 5 (стр. 12).

Дополнением к табл. 5 и вышеприведенным характеристикам фракций ЭДМ II и ацетонистого спирта может служить рис. 2—диаграмма, показывающая характер разгонки по Энглеру фракций, отобранных при операции № 9.

Таблица 4

Выход укрепленного спирта в 1°-ном выражении в % от загрузки, тоже в 100°-ном выражении

Режим с подачей воды на колонну и с загрузкой крепкого спирта		Режим заводской	
№ операций	выход фракции у репл. спирта в % от загрузки в 100°-ном выражении	№ операций	выход фракции укрепленного спирта в % от загрузки в 100°-ном выражении
1	49,8	6	43,0
2	32,4	11	35,5
3	47,5	16	36,4
8	36,4	19	44,2
9	35,4	—	—
В среднем по 5 операциям	39,5	В среднем по 4 операциям	39,9

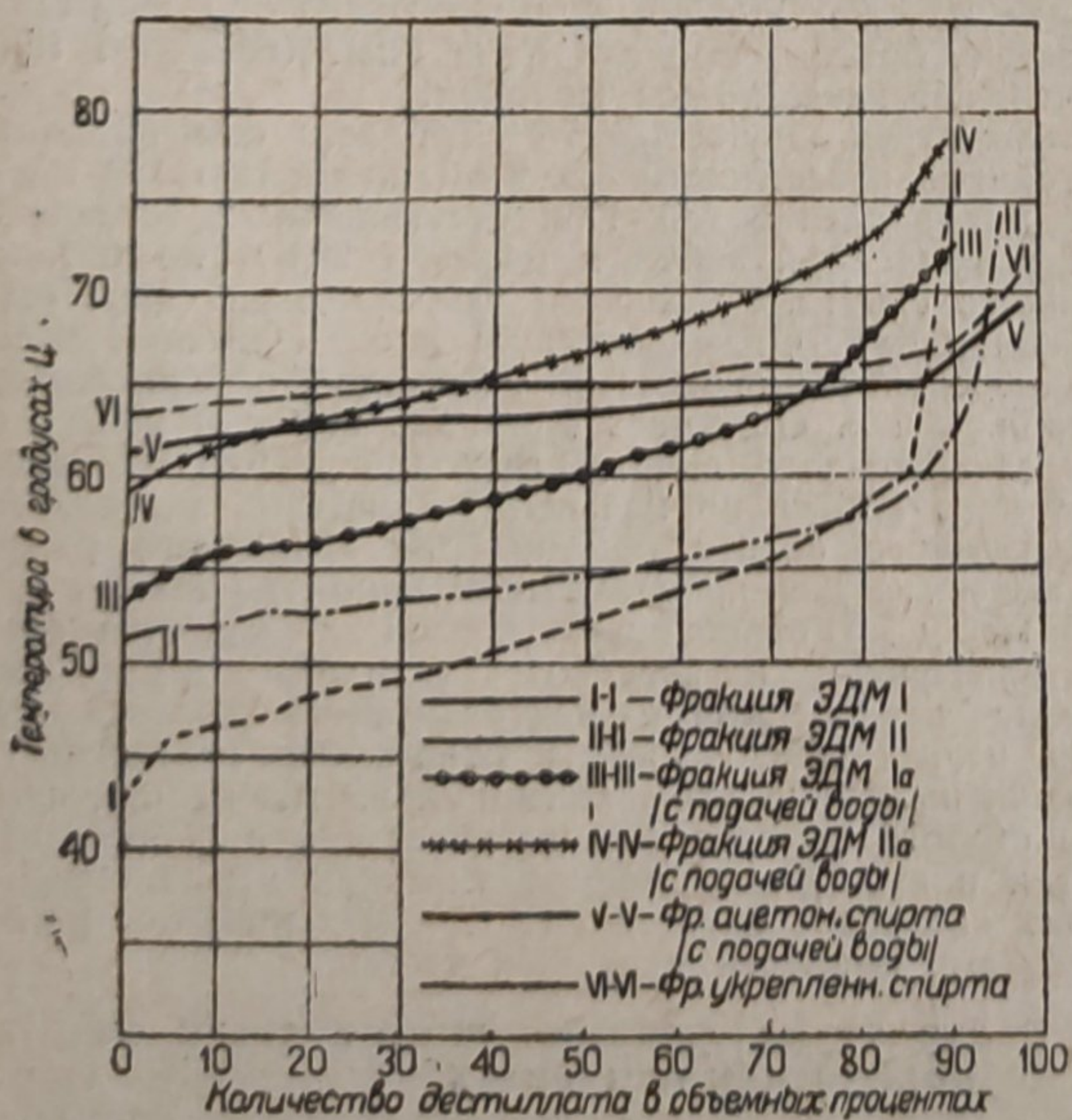


Рис. 2. Характер разгонки фракций, полученных из спирта-сырца крепкого с подачей воды на колонну (операция № 9)

Сравнивая аналитические характеристики фракций, полученных по обычному заводскому режиму, и фракций, полученных из крепкого спирта-сырца при перегонке с подачей воды на колонну, можно установить следующее:

1. При гонках по заводскому режиму часть получаемого ацетонистого спирта удовлетворяла требованиям товарного продукта в отношении всплываемости с раствором NaOH и отсутствия мути при разбавлении водой.

При гонках же крепкого спирта по режиму ЦНИЛХИ получаемый ацетонистый спирт всегда заключает примесь масел, всплывающих при пробе с водой.

Таблица 5

Аналитическая характеристика укрепленного спирта, полученного из крепкого спирта сырца перегонной с подачей воды на колонну

№ операций	Удельный вес	Крепость по Траллесу	Содержание				Проба с водой в отношении 1:1
			эфиров	кетонов	кислот	непред. соед.	
1	0,807 _{12,5}	97,9	1,25	4,13	0,05	0,72	Сильная муть То же Сильная муть и всплывает слой масла То же " "
2	0,804 ₁₉	97,3	2,88	6,13	0,05	1,76	
3	0,803 ₁₈	97,1	2,89	9,74	0,03	2,12	
8	0,803 ₁₈	97,7	2,03	4,58	0,02	1,99	
9	0,806 ₁₈	98,2	0,03	4,60	0,02	—	
10	0,809 ₁₈	97,3	1,86	9,08	0,02	—	

2. Средние пробы фракций укрепленного спирта, полученных при гонках по режиму ЦНИЛХИ, дают при разбавлении водой муть, при работе же по режиму завода укрепленный спирт при разбавлении не дает муты.

3. При гонках по режиму ЦНИЛХИ в большинстве случаев (в четырех из шести — табл. 5) содержание ацетона в укрепленном спирте было меньше, чем при гонках по режиму завода, что свидетельствует о лучшем разделении ацетона и метилового спирта этим методом.

4. Разгонка по Энглеру фракций, полученных по методу ЦНИЛХИ (рис. 2), показывает наличие во фракциях ЭДМ IIa и ацетонистого спирта довольно значительного количества высококипящих (выше 70° Ц) продуктов, отгоняемых с помощью воды.

В итоге, несмотря на наличие у метода разгонки крепкого спирта с подачей воды на колонну ряда отмеченных выше положительных сторон, все же указанные отрицательные стороны его (ухудшение качества ацетонистого и отчасти укрепленного спирта) не давали возможности рекомендовать его для внедрения в практику завода. Для устранения причин, вызывающих ухудшение дистиллата от попадания масел, и в то же время для использования достигаемого подачей воды улучшения разделения метилового спирта и ацетона нами был проведен опыт разгонки спирта-сырца (операция № 26) с подачей воды на колонну, но с предварительным разбавлением его водой, как это принято на заводе.

Таким путем мы надеялись освободиться от значительного количества масел еще до загрузки спирта в аппарат и добиться получения продуктов, не загрязненных маслами. Наши предположения оправдались почти полностью. Действительно, срединная фракция ацетонистого спирта (ацетонистый товарный) давала в средней пробе при смешивании с водой лишь едва заметную опалесценцию, а ацетонистый слабый и укрепленный спирт не давали и совсем опалесценции. В то же время средняя проба ацетонистого товарного имела содержание ацетона 43,5%, а укрепленного 4,1% (вместо 7—8% при заводском режиме). Улучшение разделения с подачей воды на колонну несомненно достигается.

Это видно также и в резком сокращении объема промежуточной фракции — слабого ацетонистого спирта, выход которого при операции № 26 составил всего лишь 3,3% всего дистиллата по объему (столько же и в процентах от загрузки в килограммах).

Полученные данные позволяют рекомендовать описанный режим для внедрения в заводскую практику.

По предложению администрации Ашинского завода бригада провела один опыт по разгонке спирта-сырца, предварительно рассироупленного, с обработкой щелочью в количестве, соответствующем полному омылению эфиров (операция № 13).

Результаты приводим в табл. 6.

В дистиллате совсем отсутствовала фракция ЭДМ в результате полного омыления эфиров, но ацетонистый спирт на 2/3 получился с маслами, что указывает на присутствие в головной фракции масел неэфирного характера, не омыляемых щелочью. Товарного ацетонистого спирта совсем не было получено (возможно, здесь сказалась сравнительно небольшая величина загрузки — 11 177 л). Общий выход обеих фракций ацетонистого спирта по отношению ко всему дистиллату составлял 40%, т. е. обычный для ре-

жима завода (см. в табл. 1 выходы в гонках № 11, 16, 19). Выход укрепленного спирта по отношению ко всему дистиллату был несколько выше, чем обычно: по отношению к загрузке в 100°-ном выражении составлял 40,8%, что выше среднего значения всего на 0,9%.

Ацетонистый спирт помимо наличия в нем масел неэфирного характера отличался своей голубоватой окраской. Подобную окраску мы наблюдали у дистиллата при переработке на 4-колонном аппарате укрепленного спирта без обработки серной кислотой (с обработкой одной лишь щелочью). Эта же окраска наблюдалась в гонке № 13 первое время и у дистиллата укрепленного спирта.

Укрепленный спирт при гонке № 13 показал полное отсутствие содержания эфиров, значительно меньшее содержание кетонов, чем при заводском режиме (4,7% против обычных 7%), и имел самый высокий показатель по крепости в градусах Траллеса (98,6) одновременно с самым низким удельным весом (0,802 при 14,5° Ц). Несмотря на хорошее качество укрепленного спирта, все же потерю фракции ЭДМ (составляющую около 12% выхода всего дистиллата, или 30% от укрепленного спирта) и большую затрату щелочи — 0,41 кг на 1 кг укрепленного спирта — вряд ли можно признать приемлемыми с экономической точки зрения.

Таблица 6

Количество и характер фракций, получаемых из спирта-сырца при полном омылении эфиров

	Фракции			
	ацетонистый с маслами	ацетонистый слабый	укрепленный	аллиловый
Получено в л	600	285	961	362
" в %	27,1	12,9	43,6	16,4
Характер фракции:				
а) уд. вес	0,828 ₁₅	0,807 ₁₅	0,802 _{14,5}	0,899 ₁₇
б) крепость в° по Траллесу	—	—	98,6	65,7
в) содерж. эфиров	0	0	0	0
г) " кетонов	40,36	19,48	4,7	0,46
д) " аллил. спирта	—	—	0,31	7,45
е) " кислот	—	0,02	0,02	0,06
ж) всплыв. с Н ₂ O	11,6	дает муть	дает сильную муть	—
з) " " NaCl	22	"	"	—
и) " " NaOH	55	18,5	—	—

Учитывая желательность (для снижения стоимости затрачиваемых химикатов и использования местных материалов замены) щелочи при нейтрализации спирта-сырца известью, бригада провела один опыт (гонка № 19) нейтрализации известковым молоком.

Спирт-сырец крепостью 75° Траллеса был обработан в отстойнике известковым молоком крепостью 12° Вё и затем рассироуплен водой. При отстаивании в течение 3 суток всплыл слой масел в размере 20,6% по объему от крепкого спирта, после чего разбавленный спирт был загружен в куб. Отбор фракций производился в условиях обычного заводского режима. Выхода фракций приведены в табл. 1 и 3. Обращает внимание высокий выход фракции укрепленного спирта. Выход фракции ацетонистого товарного вполне нормальный. Качество ацетонистого и укрепленного спирта обычное для заводского режима с применением для нейтрализации едкой щелочи.

Поэтому в отношении выходов и качества фракций нейтрализацию известковым молоком можно считать вполне равноценной с нейтрализацией щелочью. Этого пока нельзя еще сказать в отношении возможности засорения механическими частицами вентиля, насосов, труб. Эта сторона вопроса еще нуждается и в сборе наблюдений и в выработке профилактических мер, предупреждающих засорение трубопроводов и механическое истирание частицами примесей трущихся частей.

III. Переработка фракции ацетонистого спирта на периодических аппаратах

Собираемые в баке № 8 головная и хвостовая подфракции ацетонистого спирта (ацетонистый спирт с маслами и слабый ацетонистый спирт), получаемого при переработке на периодическом аппарате спирта-сырца, или перерабаты-

Таблица 7

Сравнительные выходы фракций при перегонке ацетонистого спирта по заводскому режиму и режиму ЦНИЛХИ

№ операции	Колич. загрузки в л	Колич. дистиллата в л и %	Среднее колич. дистиллата в час в л	Фракции (в литрах и процентах)					
				ЭДМ	ацетонистый с маслами	ацетонистый товарный	ацетонистый слабый	укрепленный	сырой аллиловый
17*	20 770	7 690 100%	170	638 8,3%	2 050 26,6%	—	2 894 37,7%	—	2 108 27,4%
18**	15 254	13 744 100%	174	3 933 28,6%	1 705 12,4%	3 190 23,2%	1 451 10,6%	3 351 24,4%	114 0,8%
21***	18 818	6 844 100%	194	325 4,7%	1 141 16,4%	913 13,4%	1 627 23,8%	2 075 38,3%	219 3,4%

* По заводскому режиму (с рассиропкой до 30°).

** По режиму ЦНИЛХИ (без сиропки с подачей воды).

*** По заводскому режиму (с рассиропкой до 37°).

ваются на 4-колонном аппарате на товарный метил-ацетон с содержанием 51—56% ацетона и метиловый спирт с содержанием ацетона 5—15% (присоединяется к укрепленному спирту) или поступают на разгонку на периодическом аппарате. В последнем случае получаются те же самые фракции, что при разгонке спирта-сырца.

Не всегда получаются все ранее перечисленные шесть фракций. Так, в операции № 17, проведенной по обычному заводскому режиму, не было получено совсем фракций товарного ацетонистого и укрепленного спирта.

Обычно при заводском режиме ацетонистый спирт предварительно разбавляется водой до 30° по Траллесу и обрабатывается щелочью для нейтрализации следов кислоты. Для установления выходов фракций при перегонке разбавленного ацетонистого спирта-сырца по режиму завода и выяснения состава фракций бригадой были проведены опытные гонки № 17 и 21. В гонке № 17, как выше упоминалось, совсем не было получено товарного ацетонистого и укрепленного спирта. Четкого разделения на фракции не было. Ацетонистый спирт все время давал при пробах с водой слой масел или муть. Количество отгоняемого в час дистиллата составляло в среднем за гонку 170 л, т. е. гонку скорее можно признать замедленной, чем форсированной. Несколько лучшие результаты дала гонка № 21. Загрузка в этой гонке состояла из слабого ацетонистого спирта (содержание эфиров 2,13%, содержание кетонов 22,92%, удельный вес 0,8124). Этим объясняется малый выход фракции ЭДМ, с одной стороны, и повышенный выход укрепленного спирта — с другой. Вслед за гонкой № 17 бригадой была проведена для сравнения гонка № 18 по режиму, аналогичному с применявшимся бригадой для разгонки крепкого спирта-сырца, без рассиропки и с подачей воды на колонну. Вода на колонну была подана через 2 ч. 35 м. после начала отбора дистиллата и подавалась все время, пока шли фракции ЭДМ IIа (до всплываемости с водой в 30%) и фракция ацетонистого спирта. Всего вода подавалась в течение 31 ч. 10 м. Фракция ацетонистого спирта с маслами была непродолжительна (6 час.), и дистиллат скоро перестал при пробе с водой 1:4 и раствором NaCl 1:1 показывать всякую всплываемость или муть. Товарный ацетонистый спирт шел 21 час и собран в количестве 23,2% от всего дистиллата. Среднее часовое количество дистиллата во время всей операции составляло 174 л, т. е. несколько больше, чем в гонке № 17. Следует принять во внимание, что выигрыш в производительности получится весьма значительный, если учесть время разогрева и пуска аппарата, экономия на которых при крепком спирте увеличивает производительность аппарата примерно процентов на 15. Кроме ацетонистого спирта, удовлетворяющего требованиям товарного продукта, была получена при гонке фракция укрепленного спирта весьма хорошего качества (содержание кетонов 2,72%, т. е. наименьшее из всех проб укрепленного спирта, получавшихся нами, и содержание эфиров, равное 0).

Данные о выходах фракций в операциях № 17, 18 и 21 приведены для сравнения в табл. 7.

При сравнении выходов в гонках № 17 и 18 следует иметь в виду, что сырье для сиропки в обеих гонках было весьма близко по составу. Так, кетонов содержалось в сырье операции № 17 33,2%, а при операции № 18

35,85%; эфиров — при операции № 17 9,94%, а при операции № 18 15,03%.

Несмотря на значительное содержание эфиров в исходном сырье, при гонке по режиму ЦНИЛХИ в укрепленном спирте совсем не оказалось эфиров, а кетонов было весьма мало (2,72%). Напротив, укрепленный спирт при операции № 21, несмотря на малое содержание эфиров в исходном сырье (2,13%), все же содержал некоторое количество эфиров (0,77%) и значительное количество кетонов (13,7%).

Все эти факты говорят о лучшем разделении составных частей сырья при работе по методу ЦНИЛХИ.

Достиженные бригадой ЦНИЛХИ результаты по разгонке несироупленного ацетонистого спирта с подачей воды заслуживают несомненно внедрения в практику этого метода, так как мы здесь получаем следующие преимущества: 1) увеличение производительности аппарата, 2) лучшее качество продукции, 3) увеличение выхода товарного продукта, 4) более четкое разделение составных частей сырья по фракциям.

IV. Переработка головной фракции спирта-сырца и промывных вод

Получаемая при переработке спирта-сырца фракция ЭДМ (растворитель-сырец) собирается в баках № 18 и 19 и подвергается переработке для выделения ацетона и метилового спирта и отделения хвостовой фракции. Выделение ацетона и метилового спирта совершается путем промывки масел водой. При этом переходит в водный слой и часть метил-ацетата. Для отделения хвостовой фракции применяется перегонка. Завод для получения товарного растворителя прибегал к перегонке легких масел на 4-колонном аппарате. С ноября 1934 г. разгонка растворителя-сырца на 4-колонном аппарате ввиду ее нерациональности прекращена, и в настоящее время масла после промывки подвергаются перегонке исключительно на периодических аппаратах. Обычно масла поступают на ректификацию со значительной частью промывных вод, что является совершенно нерациональным и вредит четкому разделению продуктов. При проведенных нами наблюдениях за 2 гонками были выделены 3 фракции: ЭДМ I, ЭДМ II и аллиловый спирт-сырец. Перевод на последнюю фракцию был сделан, как обычно, по достижении температуры перед дефлегматором 67—73°.

Фракция ЭДМ I в обеих операциях была почти одинакова по аналитическим данным: удельный вес 0,897—0,890 (при 14°), содержание эфиров 38,4—35,1%, содержание кетонов 21,8—24,2%, всплываемость с водой 65,6—62,4% и с NaCl 76—75%.

Фракция ЭДМ II содержала меньше эфиров (22,7—31,5%) при почти таком же содержании кетонов, как у ЭДМ I, имела меньший удельный вес — 0,862—0,875 (при 14°) и показывала меньшую всплываемость с водой (47,8—52,8%) и с NaCl (61,2—67%).

Деление ЭДМ на две подфракции (ЭДМ I и ЭДМ II) по всплываемости с водой до 60% и до 30% помогает получить растворитель ЭДМ с большим и с меньшим содержанием эфиров, хотя в настоящее время это деление практического значения и не имеет ввиду слишком общего

характера технических условий на растворители из легких древесных масел и отсутствия специального спроса на растворитель с большой всплываемостью (за исключением ограниченного применения для экстракции уксусной кислоты из жижки по методу С. П. Насакина).

При наличии устойчивого спроса на такой растворитель отдельный сбор фракции ЭДМ I на Ашинском заводе можно было бы легко осуществить.

Совсем иной характер имеют продукты, получаемые при разгонке на периодических аппаратах промывных вод от промывки головной фракции спирта-сырца.

Разгонка промывной воды была произведена под нашим наблюдением в операции № 15. При разгонке были получены фракции в таком соотношении (в процентах):

I фр. ЭДМ II	9,2
II " товарный растворитель	13,9
III " ацетонистый спирт с маслами	3,9
IV " ацетонистый товарный	23,5
V " ацетонистый слабый	24,3
VI " укрепленный спирт	11,3
VII " аллиловый спирт	13,9

Всего . . . 100

Фракция товарного растворителя была собрана при температуре паров перед дефлегматором 51—52° Ц. Температура держалась в течение всей отгонки фракции на одном уровне. Пробы дистиллата с водой не давали никакого всплывания и мути; при пробе с раствором NaOH всплывало 50—60%, причем наблюдалось сильное выделение тепла и выпадение кристаллов. При разгонке по Энглеру средней пробы фракции 90% отгонялось до 57° Ц. 70% перегонялось в пределах 48—54° Ц. Анализы фракций, полученных из промывных вод, приведены в табл. 8.

Товарный растворитель резко отличался при пробе с водой от фракции ЭДМ II, которая имела почти тот же состав и одинаковый удельный вес.

Отсутствие специфического спроса является причиной того, что этот растворитель на заводе не выделяется, а смешивается с перегнанным ЭДМ, хотя и по данным разгонки, и по пробе с водой, и по цвету, и по высокому содержанию кетонов и эфиров он является более высококачественным продуктом. Заслуживает также внимания высокий выход товарного ацетонистого спирта (23,5% в дистиллате), дающий вместе с фракциями I и II выход товарных растворителей 46,6%.

Ввиду отмеченного нами резкого отличия продуктов следует производить четкое отделение промывных вод от масел, не допуская общей загрузки для перегонки.

V. Переработка концевой фракции и спирта-сырца

Отдельной переработки фракции аллилового спирта на Ашинском заводе не производилось, и поэтому опыты выделения товарного аллилового спирта, проведенные бригадой совместно с научным сотрудником ИРЕА А. А. Пря-

нишниковым, имели пока только опытный характер.

В первом опыте (операция № 5) водный слой фракции сырого аллилового спирта крепостью 56° Траллеса был обработан в сиропнике раствором каустической соды и рассироплен водой в 2½ раза по объему. При отстаивании всплыл слой масел в количестве 17,5% от взятого спирта. Нижний водный слой крепостью 20° Траллеса был загружен в перегонный куб. При перегонке были получены фракции: ЭДМ II (16,5% от дистиллата), укрепленный спирт (45,4%) и аллиловый спирт (38,1%).

Операция имела целью выделить фракцию товарного аллилового спирта, удовлетворяющего следующим требованиям, предложенным А. А. Прянишниковым:

- 1) удельный вес при 15° 0,880—0,900,
- 2) проба с водой в отношении 1:1 — отсутствие мути (допускается легкая опалесценция),
- 3) процентное содержание аллилового спирта, определяемое титрованием бромид-броматной смесью, не ниже 32%.

Отбор фракции было намечено производить при температуре паров перед дефлегматором 86—90° (азеотропная смесь аллилового спирта с водой кипит при 88,5°, а в смеси с нормальным пропиловым спиртом — при 87,8°).

При опыте оказалось, что максимальное содержание аллилового спирта в дистиллате составляет 29%, причем с таким содержанием могло быть собрано лишь примерно 220 л (из всего количества фракции 1455 л). При этом при пробе с водой дистиллат давал муть.

При таком содержании аллилового спирта удельный вес дистиллата равнялся 0,875—0,889 и температура паров перед дефлегматором равнялась 83,5—85°.

При повторной операции (операция № 7) весь имевшийся аллиловый спирт был рассироплен в баке до крепости 26° Траллеса, и после отстаивания водный слой был спущен в сиропник и там обработан раствором КОН. После отделения слоя масел водный слой был спущен в перегонный куб и там подвергнут дополнительной обработке каустиком.

При перегонке были получены фракции, приведенные в табл. 9.

При втором опыте в отличие от первого применялась усиленная дефлегмация. Максимальное содержание аллилового спирта в дистиллате оказалось равным 31,4% (при температуре 85° и удельном весе 0,885). Отбор товарного продукта был начат по прекращении опалесценции при пробе с водой 1:1. Среднее содержание аллилового спирта в отобранном продукте оказалось равным 27,6%. Полученный продукт перегонялся по Энглеру на 90% в пределах 80—91° Ц и имел удельный вес 0,911 при 18,5° Ц.

Ориентировочный подсчет возможного выхода аллилового спирта из спирта-сырца был произведен нами при операции № 6. Оказалось, что максимальное содержание аллилового спирта в дистиллате при разгонке спирта-сырца составляет 18,7% (при температуре перед дефлегматором 82° и удельном весе 0,865). Подсчет содержания аллилового спирта в дистиллате в пределах температуры 66—96° дал его выход 92,9 кг, причем содержание али-

Таблица 8

Аналитическая характеристика фракций, полученных при перегонке промывных вод от легких масел на периодическом аппарате

№ по пор.	Название фракций	Уд. вес	Креп. по Траллесу	Содержание				Всплываемость		
				эфиров	кетонов	кислот	непредельн. соедин.	с H ₂ O 1:1	с NaCl 1:1	с NaOH 1:2
1	ЭДМ II	0,884 ₁₄	—	40,5	38,84	0,04	—	36	69,0	—
2	Товарный растворитель	0,884 ₁₄	—	39,71	40,54	0,02	—	0	63,6	—
3	Ацетонистый товарный и ацетонистый слабый (общая проба)	0,828 _{18,5}	—	8,67	34,46	0,02	—	—	—	37,5
4	Укрепленный спирт	0,811 ₁₄	96,8	1,18	8,93	0,02	—	—	—	—
5	Аллиловый спирт	0,948 ₁₄	42,5	—	—	—	2,31	—	—	—

Таблица 9

№ по пор.	Название фракции	Количество дистиллата		Продолжительность в час.—мин.	Температура паров в °С	Отношение флегмы к дистиллату
		в л	в %			
1	ЭДМ II	510	11,9	3—00	54—56	1,8
2	Укр-пленный спирт	3 004	69,8	12—50	56—73	4,7
3	Аллиловый спирт нетоварный	398	9,3	4—45	73—85	14,9
4	Аллиловый спирт товарный	189	4,4	2—00	85—93	11,9
5	Аллиловые масла	200	4,6	0—45	93—96	2,2
	Всего	4 301	100,0	23—20	—	—

лового спирта во всплывающих маслах не принималось в расчет. В процентах от загрузенного 100%-ного спирта-сырца содержание аллилового спирта в этих пределах составит 1,9%. На практике трудно рассчитывать на извлечение полностью всего этого количества. Для определения возможного заводского выхода аллилового спирта возьмем для расчета лишь погону с содержанием не ниже 11% и с температурными пределами 82—89,5°. Тогда содержание его в указанных пределах составит 52,6 кг и выход от 100%-ного спирта-сырца — 1,08%. При среднем выходе 100%-ного спирта-сырца с 1 м³ переугливаемых дров в 5 кг возможный выход 100%-ного аллилового спирта с 1 м³ дров составит 0,054 кг и в виде 30%-ного — 0,180 кг. Для завода мощностью в 200 тыс. м³ переугливаемых в год дров это означает получение 36 т 30%-ного аллилового спирта.

Главнейшие выводы работы

1. Проведенные опыты по разгонке на периодическом аппарате конструкции Бэджера спирта-сырца и ацетонистого спирта с подачей воды вверх ректификационной колонны дали хорошие результаты (в смысле улучшения разделения ацетона и метилового спирта) при разгонке предварительно рассироупленного и отстоянного спирта-сырца (операция № 26) и ацетонистого нерассироупленного спирта (операция № 18); при нерассироупленном же спирте-сырце подача воды вызывала попадание в продукты масел с более высокой температурой кипения, ухудшающих качество фракций метил-ацетона и укрепленного спирта.

2. Вполне удовлетворительные результаты в смысле качества и выходов продуктов дал опыт замены для нейтрализации щелочи известковым молоком (операция № 19).

3. Опыт с полным омылением эфиров, заключающихся в спирте-сырце, избытком щелочи (операция № 13) себя не оправдал.

4. Опыты разгонки ЭДМ и промывных вод от него показали резкое различие продуктов разгонки ЭДМ и промывной воды.

Полученные результаты ставят также настоятельно вопрос о необходимости расширения ассортимента спиртовых растворителей, вырабатываемых Ашинским заводом.

5. Опыты переработки фракции аллилового спирта-сырца показали возможность выделения из нее большого процента укрепленного спирта. Одновременно с отделением укрепленного спирта переработка сырого аллилового спирта может дать в год приблизительно 36 т 30%-ного аллилового спирта (при переработке 200 тыс. м³ дров).

Примечание. В проведении заводских опытов кроме автора участвовали сотрудники ЦНИЛХИ С. Н. Вшивцев, А. Я. Ленков, Л. П. Поляков и В. Д. Угрюмов, сотрудник Ашинского завода Ф. Г. Лесенный, студентка ЛТА Г. П. Балакина и практиканты Брасовского техникума.

Аналитические работы выполнялись под руководством ст. научного сотрудника ЦНИЛХИ А. Н. Брика, сотрудниками ЦНИЛХИ О. Я. Гайшиной, А. А. Логанской и П. Ф. Черниковой. В обработке цифрового материала принимала участие ст. научный сотрудник ЦНИЛХИ М. Ф. Саненкова.

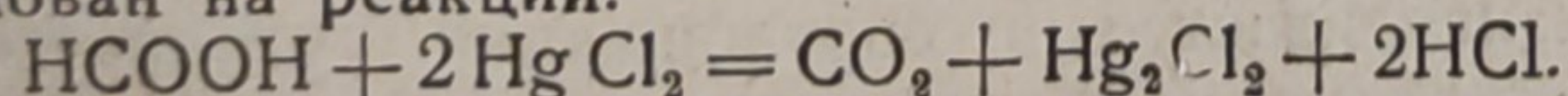
О количественных методах определения муравьиной кислоты в продуктах пиролиза древесины

С. И. Сухановский и Е. В. Рогинская
(ЛенНИЛХИ)

Все известные нам и наиболее употребительные методы определения муравьиной кислоты основаны на способности ее окисляться до CO₂ и разделяются на весовые способы и объемные.

I. Весовые способы

1. Способ Скала. Классический способ Скала основан на реакции:



Практически сулема прибавляется к нейтрализованным кислотам, и реакция идет по уравнению: $\text{HCOONa} + 2 \text{HgCl}_2 = \text{CO}_2 + \text{Hg}_2\text{Cl}_2 + \text{HCl} + \text{NaCl}.$

По количеству выделившейся нерастворимой каломели определяется муравьиная кислота.

В нашей предыдущей работе¹ мы установили, что при работе по этому методу на реакцию при кипячении на водяной бане с обратным холодильником необходимо затратить не менее 6 час., так как при нагревании в течение 4 час. муравьи-

ной кислоты определяется только 94,4% от взятой навески, что при точных анализах дает существенную ошибку.

В дальнейшем мы вновь проверили способ Скала и выяснили, что в течение 1 часа (табл. 1) с сулемой реагирует до 68% HCOOH от взятой навески и при нагревании в течение 2 час. — около 90%.

Таблица 1

№ анализа	Продолжит. реакции в час. х	Взято HCOOH в г	Определено HCOOH в г	Определено в % от взятой навески
1	1	0,2380	0,1406	59,07
2	1	0,2380	0,1334	56,05
3	1	0,2644	0,1807	68,35
4	2	0,2644	0,2364	89,41
5	2	0,2644	0,2350	88,89
6	2	0,2644	0,2332	89,20

¹ С. Сухановский и Е. Рогинская, „Лесохимическая промышленность“, 1934 г., № 5—6, стр. 28.

Таким образом способ Скала, если принять еще во внимание расход времени на предварительную сушку фильтров, взвешивание их, фильтрование и сушку осадков, является довольно трудоемким.

2. Способ Гермута¹ Гермут предложил свой способ для определения муравьиной кислоты в уксусной. Этот метод основан также на восстановлении HgCl_2 в Hg_2Cl_2 , Cl_2 и заключается в следующем: 2 г. примерно 99%-ной уксусной кислоты обрабатывают 20 мл 4%-ного раствора сулемы и 20 мл раствора ацетата калия (150 г в 1000 мл); затем прибавляют 1 мл 2%-ного раствора солянокислого гидроксиламина ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), и смесь нагревают в течение 1 часа при 50° . Выпавший осадок каломели отфильтровывается и взвешивается.

В данном случае солянокислый гидроксиламин играет роль катализатора. Что касается ацетата калия, то введение его в реакционную смесь имеет целью избежать солянокислой среды, так как уксусная кислота анализируется без предварительной нейтрализации.

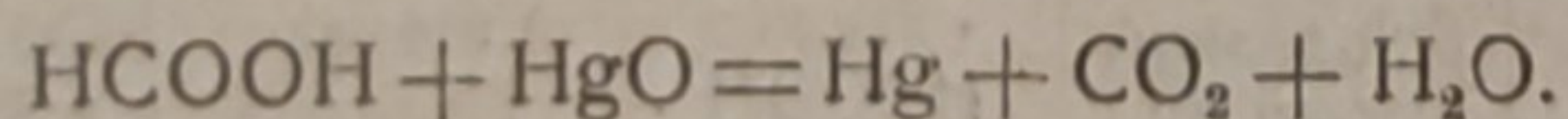
При проверке этого способа мы брали чистую муравьиную кислоту определенной концентрации, усредняли едким натром до нейтральной реакции, прибавляли сулемы, ацетата натрия и 1 мл 2%-ного раствора солянокислого гидроксиламина. Полноту окисления муравьиной кислоты в зависимости от времени мы установили нагреванием реагирующей смеси в течение 1 часа и в течение 6 часов.

По результатам анализа нескольких образцов (табл. 2) видно, что процесс окисления муравьиной кислоты полностью протекает в продолжение 1 часа, при этом точность анализа вполне удовлетворяет.

Таблица 2

№ анализа	Продолжит. реакции в часах	Взято HCOOH в г	Определено HCOOH в г	Определено в % от взятой навески
1	6	0,2380	0,2378	99,83
2	6	0,2391	0,2392	100,50
3	6	0,2380	0,2289	100,33
	Среднее	0,2380	0,2388	100,33
4	1	0,2380	0,2360	99,16
5	1	0,2380	0,2371	99,62
6	1	0,2380	0,2370	99,57
	Среднее	0,2380	0,2367	99,45

3. Следует упомянуть о методе, который может быть отнесен к весовым. Он описан проф. Ногиным² и основан на окислении муравьиной кислоты желтой окисью ртути по реакции:



Выделяющаяся углекислота улавливается в кали-аппарате, по привесу которого и определяется муравьиная кислота. Этот метод мы не проверяли,

¹ Germuth, «Chem. Abh.», 1928, I, № 16, стр. 1934; «Chem. t-Anlyst» т. 17, № 1, стр. 7.

² Проф К. И. Ногин, Сухая перегонка дерева лиственных и хвойных пород, изд. 1931 г., стр. 421.

так как а priori нашли его слишком кропотливым, требующим сравнительно сложной аппаратуры, а потому непригодным в наших лабораториях.

Кроме указанных нами существует целый ряд других методов весового определения, являющихся модификацией метода Скала, но мы на них останавливаться не будем, так как они по существу тождественны и различаются только в деталях.

Переходя к методике определения муравьиной кислоты весовым способом в продуктах пиролиза древесины, необходимо отметить следующее.

а) Прежде всего нет никакой необходимости производить нагревание реакционной смеси в колбах с обратным холодильником, а вполне достаточно нагревать просто в стаканах накрытых часовыми стеклами, так как кислоты перед этим усредняются едким натром. Это упрощает технику определения.

б) Во всех известных нам способах при определении HCOOH во избежание солянокислой среды рекомендуется прибавлять ацетат натрия или калия. Для продуктов сухой перегонки дерева мы не находим в этом необходимости, так как ацетат натрия образуется при нейтрализации смеси кислот перед анализом. При определении в крепкой уксусной кислоте также необходимо производить нейтрализацию, чтобы избежать прибавления ацетата натрия, так как он сам по себе нередко содержит значительное количество муравьинокислого натрия, что даст очень преувеличенные результаты.

в) При определении муравьиной кислоты в уксусной необходимо последнюю нейтрализовать содой и отогнать нередко содержащиеся в ней альдегиды.

г) Для анализа в жижках и слабых дистиллатах лучше употреблять сулему в сухом виде; при этом в случае недостаточной чистоты ее желательно произвести перекристаллизацию.

д) При определении муравьиной кислоты непосредственно в жижке необходимо последнюю нейтрализовать содой, отогнать нейтральные составные части, разложить фосфорной кислотой и определение производить в кислом отогнанном дистиллате.

4. Методика. Разработанная нами методика определения муравьиной кислоты весовым способом применительно к жижкам различной концентрации и порошкам заключается в следующем.

В зависимости от кислотности, определяемой простым титрованием или экспрессным методом¹, количество необходимой для анализа жижки устанавливается по соотношению:

$$B = \frac{1,6 \cdot 100}{a},$$

где:

B —необходимое количество жижки в граммах,

a —найденная кислотность в процентах,

1,6—навеска в граммах 100%-ной кислоты.

Взятая проба жижки нейтрализуется содой, отгоняются нейтральные составные части в приборе Гладдинга, после чего натровые соли кислот раз-

¹ С. И. Сухановский и Е. В. Рогинская «Лесохимическая промышленность» № 12, стр. 26, 1934 г.

лагаются 25 мл фосфорной кислоты. Летучие жирные кислоты отгоняются с водяным паром до нейтральной реакции.

При анализе древесного порошка последний в количестве 2 г разлагается фосфорной кислотой обычным способом по Гладдингу.

В зависимости от количества дистиллата, полученного после разложения фосфорной кислотой, объем отогнанных кислот доводится дистиллированной водой до 500 или 1000 мл. Для анализа на муравьиную кислоту в стакан помещают в первом случае 100—200 мл, а во втором — 300 мл раствора, который затем усредняется едким натром до нейтральной реакции; после этого к раствору прибавляют 2,5—3 г сулемы и 1 мл 2%-ного солянокислого гидроксиламина. Стакан накрывается часовым стеклом и ставится на водяную баню на 1 час—1 час 30 мин. Выпавший осадок каломели отфильтровывается через сухой взвешенный фильтр, промывается дистиллированной водой и сушится до постоянного веса при температуре 105—110°. Количество HCOOH в процентах находится по следующей формуле:

$$A = \frac{P \cdot 0,0977 \cdot N \cdot 100}{n \cdot b}$$

где:

- A — процентное содержание HCOOH,
 P — вес каломели в граммах,
 N — общий объем дистиллат а, полученного при отгонке кислот, в миллилитрах,
 n — количество дистиллата в миллилитрах, взятого для определения муравьиной кислоты,
 b — навеска порошка или жижки.

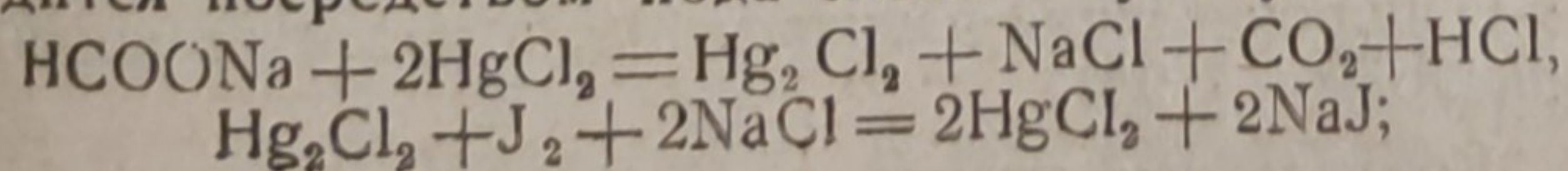
II. Объемные методы

1. К объемно-аналитическим методам определения муравьиной кислоты в жижке относится наиболее часто рекомендуемый в нашей специальной литературе¹ метод окисления желтой окисью ртути. Этот метод заключается в следующем.

25 мл перегнанной жижки разбавляют до 125 мл и после прибавления избытка HgO кипятят на водяной бане в течение 2 час. Затем жидкость перегоняют с фосфорной кислотой, и полученный дистиллат титруют нормальным раствором NaOH. Количество муравьиной кислоты определяется по разности между результатом этого титрования и титрованием перегнанной жижки без окисления.

Этот способ нами был проверен на нескольких образцах, результаты при этом получились не совсем сходящиеся. Кроме того процесс анализа, связанный с окислением и отгонкой после разложения фосфорной кислотой, является довольно продолжительным, а поэтому для серийных анализов, а тем более для точных, рекомендован быть не может.

2. Метод Рейссера². Этот метод основан на том, что каломель, образовавшаяся при действии сулемы на муравьинокислый натрий, переводится посредством иода снова в сулему.

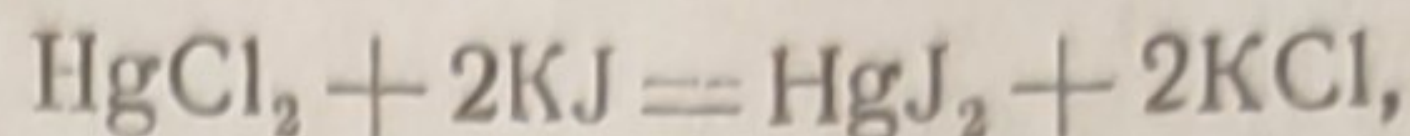


¹ Бэнбери, Сухая перегонка дерева, стр. 292, Гослестехиздат, 1933 г.

Проф. К. И. Ногин, Сухая перегонка дерева лиственных и хвойных пород, стр. 421, 1931 г..

² „Biochem. Zeitschr“, 42, 1923 г. стр. 280.

при этом избыток сулемы, не вошедший в реакцию окисления муравьиной кислоты, предварительно переводится посредством иодистого калия в иодистую ртуть:



которая растворяется в избытке иодистого калия. Процесс определения по Рейссеру ведется следующим образом. Восстановление муравьиной кислотой сулемы до каломели производится обычным путем. После этого к смеси прибавляется 2 г кристаллического KJ для перевода избытка сулемы в HgJ₂, затем прибавляется 50 мл децинормального раствора иода, и избыток которого оттитровывается обратно децинормальным раствором гипосульфита. 1 мл 0,1 N раствора J₂, вошедшего в реакцию, эквивалентен 0,0023 г. HCOOH. Проверая эту методику, мы для ускорения процесса восстановления сулемы прибавляли солянокислый гидроксиламин, в остальном метод не изменяли.

При проверке этого метода на чистой муравьиной кислоте у нас во всех случаях получились пониженные результаты (табл. 3). Кроме того мы наблюдали, что результаты колеблются также и в зависимости от количества взятого иода.

Таблица 3

№ по пор.	Взято HCOOH в г	Определено в г	Определено в %
1	0,1130	0,1045	92,45
2	0,1030	0,1010	89,99
3	0,1030	0,1005	88,94
4	0,1030	0,1078	95,40
5	0,1130	0,1078	95,40

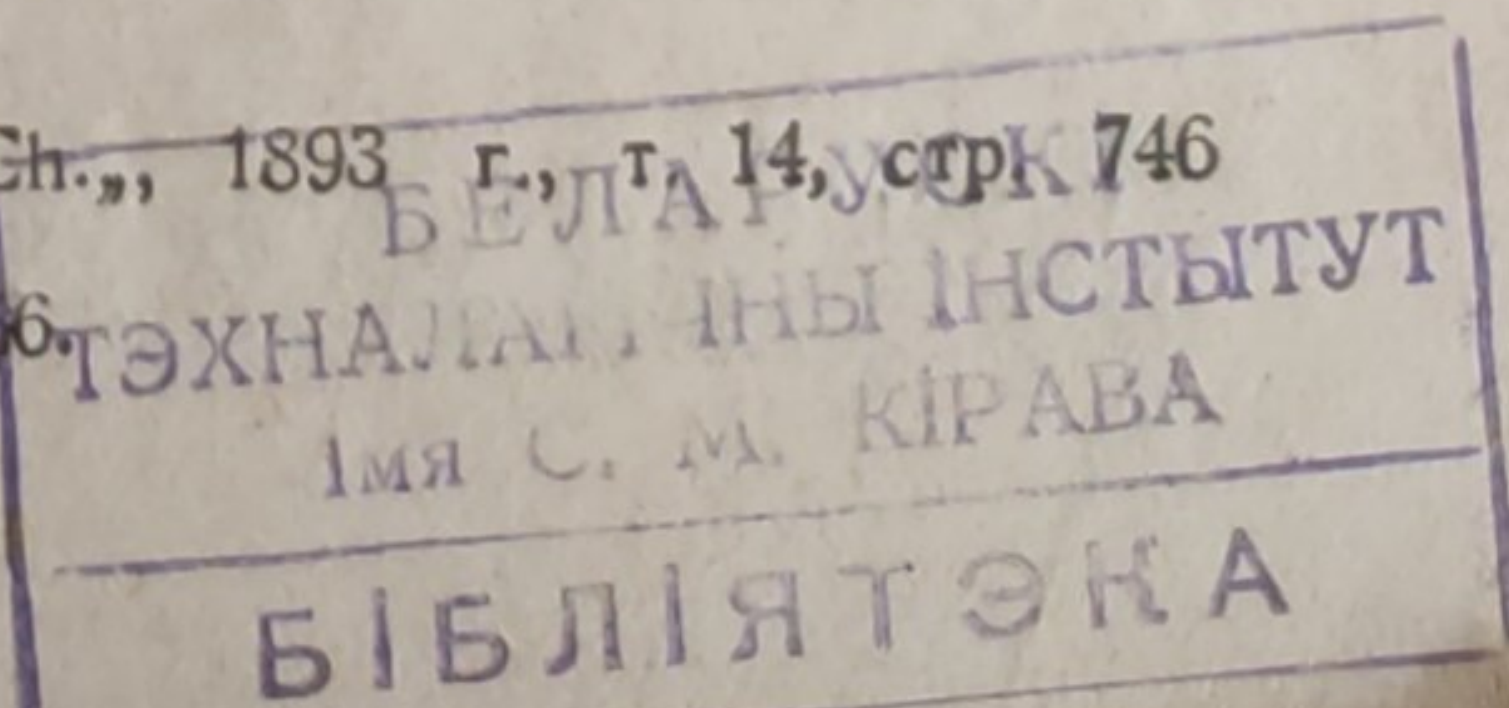
Однако этот метод занимает немного времени на производство анализа, и в тех случаях, когда, указанный точность его может удовлетворить применение его вполне возможно.

3. Метод Либена¹ Этот метод предложен для определения муравьиной кислоты в чистой уксусной и заключается в следующем. Навеска кислоты нейтрализуется едким натром, могущие присутствовать альдегиды отгоняются и натровые соли нагреваются на водяной бане в течение 15 мин. с 0,1N KMnO₄.

После охлаждения прибавляют 2 г KJ, подкисляют разведенной серной кислотой и свободный иод титруют 0,1N Na₂S₂O₃. 1 мл 0,1N KMnO₄ соответствует 0,002301 г HCOOH. Обергаузер и Гензингер² по этому методу предлагают прибавлять 10—20 мл насыщенного раствора ацетата натрия. При проверке метода Либена на чистых реактивах во всех случаях получались повышенные результаты (до 120%), а при анализе порошка и жижки муравьиной кислоты по сравнению с весовым способом определялось до 150% больше. Сам по себе метод Либена с точки зрения быстроты производства анализа является чрезвычайно заманчивым.

¹ Lieben, „Monatshefte f. Chem.“, 1893 г., т. 14, стр. 746 и 1895 г., т. 16, стр. 219.

² „Chem. Zbl.“, 1927, стр. 2456.



4. Авторами был выработан метод, основанный на количественном определении выделяющейся в результате реакции Скала соляной кислоты, а в условиях присутствия ацетата натрия—уксусной кислоты³.

Этот метод сравнительно быстрый и при чистых дистиллатах дает вполне достаточную точность для технического контроля.

К получению ароматических веществ из лигнина и лигносульфоновой кислоты сульфитных щелоков

Н. Петров

(Лаборатория сектора сульфитцеллюлозных щелоков ЦНИЛХИ)

Как известно, лигносульфоновая кислота находится в сульфитных щелоках — отходах целлюлозной промышленности. По своему строению она сходна с лигнином, выделяемым из древесины минеральными кислотами.

Еще в 60-х гг. прошлого столетия было известно из опытов Эрдмана, что при сплавлении лигнина со щелочами получают ароматические вещества: пирокатехин и протокатеховая кислота. Однако количественное выделение ароматических веществ по этому методу началось лишь с 1918 г. исследователями Гонигом, Фуксом, Меландром и др., причем выхода этих веществ колебались от 2 до 28%.

Работами в этой же области Гейзера и Бинсфольда устанавливается, что процесс сплавления лучше всего протекает в присутствии железа как катализатора и в атмосфере водорода. В этих условиях в одном опыте они получили 21% чистого пирокатехина от взятого сухого лигнина. В опытах же, проведенных в атмосфере воздуха, данные исследователи получали до 11% протокатеховой кислоты в чистом виде и значительное количество щавелевой кислоты. Высокие выходы ароматических веществ, до 28%, были также подтверждены дальнейшими работами Гейзера и Германа. Другие же исследователи, например Фрейденберг, при сплавлении лигнина со щелочью находили только протокатеховую кислоту.

Обычный способ выделения пирокатехина посредством вакуум-перегонки может вызвать потерю продукта вследствие возможного его осмоления. Найденный метод выделения пирокатехина на холоду дал возможность получать это вещество в кристаллическом виде и притом желаемой чистоты (очистка протокатеховой кислоты от смолообразных примесей производилась в водном растворе посредством торфяного угля Московского газового завода).

При выяснении влияния главнейших факторов на выход ароматических веществ ЦНИЛХИ установил следующее.

Выводы

1. Все рассмотренные объемные методы анализа муравьиной кислоты дают пониженные или повышенные результаты, и применение их может ограничиваться при техническом контроле, не требующем большой точности.

2. Для точных анализов продуктов пиролиза древесины наиболее быстрым, в то же время и точным, является метод Гермута.

1. Применение едкого калия в этом процессе дает лучшие результаты по сравнению с едким натром.

2. Количество загружаемой щелочи по отношению к лигнину имеет оптимум, соответствующий приблизительно шестикратному количеству (хорошие выходы могут быть также получены и при трехкратном количестве).

3. Оптимальная продолжительность процесса сплавления соответствует 90 мин.; наивысшая же температура сплавления равна 290°, что почти совпадает с аналогичными данными других авторов.

4. Проведение процесса плавки в атмосфере водорода не увеличивает выход ароматических веществ в том случае, если аппарат для сплавления имеет только одно выводное отверстие для удаления газообразной и парообразной фракции (сплавление сопровождается образованием горючих газов, поэтому проникновение кислорода воздуха становится невозможным).

Для сплавления пользовались различными видами лигнина, в том числе и производственным. Лигносульфоновая кислота употреблялась в виде экстрактов из сульфитного щелока Балахнинского завода и барды спиртозавода Сясьского целлюлозного завода. Здесь интересно отметить, что различные виды сырья при пересчете на чистый лигнин и лигносульфоновую кислоту давали приблизительно одинаковый суммарный выход ароматических веществ при одинаковых условиях сплавления.

Это несомненно указывает на однородный состав ароматической части разных видов лигнина и лигносульфоновой кислоты. Максимальный выход ароматических веществ составлял 16% от веса абсолютно-сухого лигнина. Максимальный выход пирокатехина равнялся 8%, а протокатеховой кислоты — 9%.

Контрольные опыты, проведенные вне водородной атмосферы, с трехкратным количеством щелочи при прочих оптимальных уровнях, дали 9% ароматических веществ, которые имели в своем составе пирокатехин и протокатеховую кислоту

³ С. И. Сухановский и Е. В. Рогинская, «Лесохимическая промышленность», 1935 г., № 8.

почти в равных количествах. Некоторые опыты давали на 8% пирокатехина 1% протокатеховой кислоты.

На основании проведенной работы выяснилось, что при различных вариациях опытов всегда получаются как пирокатехин, так и протокатеховая кислота, причем пирокатехин является наиболее устойчивой частью. Отсутствие пирокатехина в опытах Фрейденберга и других исследователей объясняется повидимому несовершенным методом его выделения. Более высокие выходы, указываемые Гейзером, вероятно зависели исключительно от благоприятно сложившихся условий процесса, и их надо считать единичными явлениями. Устойчивый выход ароматических веществ поставил вопрос о получении их из лигносульфоновой кислоты в заводском масштабе. Для этого был разработан метод обработки плава применительно к заводским условиям. Результаты получились примерно одни и те же.

Поскольку лигнин при гидролизе получается в чистом виде — без примеси целлюлозы, едкая щелочь при сплавлении идет исключительно на разложение лигнина. Сплавление лигносульфоновой кислоты в этом смысле сложнее, так как для этого необходимо предварительное выделение ее из сульфитного щелока или барды.

Сплавление сульфитцеллюлозных экстрактов и экстрактов из барды показало, что примеси жирного ряда (углеводы и др.) снижают выход ароматических веществ, не давая возможности соответственно снизить количество щелочи.

Существующие методы выделения лигносульфо-

новой кислоты не дают количественных результатов. Поиски нового, наиболее полного метода такого выделения лигносульфоновой кислоты, надо надеяться, обеспечат благоприятное разрешение этого вопроса.

Таким образом сложная и спорная проблема получения ароматических веществ из лигнина и лигносульфоновой кислоты получила конкретное техническое разрешение.

Материал о потребности в пирокатехине и других ароматических веществах в СССР имеется в статье Элькина и Валькова (К вопросу об экономике получения пирокатехина и пирогаллола из древесных смол и ароматических веществ из лигнина, «Лесохимическая промышленность», 1935 г., № 7). Из этой статьи видно, что синтетический метод получения пирокатехина повидимому не будет осуществлен, и следовательно у нас имеются только два источника для получения пирокатехина: кислая смола лиственных пород как отход при получении уксусной кислоты и лигнин с лигносульфоновой кислотой.

При сплавлении в заводском масштабе увеличенных масс реагирующих веществ можно ожидать повышения выхода ароматических до 12—13%, на что указывают отдельные опыты как с лигнином, так и с лигносульфоновой кислотой. Кроме того так называемая лигниновая кислота, получающаяся в виде твердого отхода, содержит еще около 20% веществ фенольного характера, которые могут быть использованы например для получения пластмасс.

„Сейчас, как никогда, остро стоит задача приближения инженеров и техников непосредственно к производству, к рабочему месту. Без этого нельзя возглавить стахановское движение“

(С. ЛОБОВ, Речь на общем собрании инж.-технич. работников 3 декабря с/г.)

(Из газ. „Лесн. пром.“ от 7/XII 1935 г. № 170 (1037))

О повышении качества порошка Ижевского завода

А. А. Деревягин

Как известно, Ижевский химический завод в качестве основного сырья использует 8—15%-ный раствор уксусного порошка, получаемый им с газогенераторной станции. Качество этого раствора зависит в значительной степени от того режима, при котором он получается в поглотительных скрубберах. Работами ЛенНИЛХИ было установлено, что, видоизменяя соответствующим образом температуру и щелочность поглощающих растворов в скрубберах, можно значительно повысить качество получающегося порошка. Так, при невысоком температурном режиме и повышенной щелочности поглотителя средняя крепость порошка составляет 64—68% при содержании смолистых 18—26%. Повысив соответственно температуру поглотителя и снизив до известного предела щелочность последнего, крепость порошка можно увеличить до 72—75% при средней смолистости 10—12%. Иными словами, холоднощелочный режим дает порошок, приближающийся по своим качествам к «черному» кустарному порошку. Наоборот, теплокислотный режим повышает его крепость до «полусерого». При этом под «крепостью» здесь, как и везде в дальнейшем, понимается процентное содержание безводной уксусно-кальциевой соли, отнесенное к высушенному при 105—110° порошку.

С другой стороны, по существующим условиям оборудования газогенераторной станции выполнение процесса при повышенном температурном режиме бывает иногда затруднительно: например в летнее время. Кроме того, как это и наблюдалось, всегда возможны случаи аварии смолоотделителей, когда в промывные срубберы будут поступать сильно смолистые газы, в результате чего смолистость порошка увеличится. Поэтому возникает вопрос о повышении качества раствора порошка путем дополнительной его очистки. Опыты подобного рода и были произведены автором статьи в лаборатории Ижевского завода в декабре 1934 г.; еще до окончания упомянутых выше работ ЛенНИЛХИ, как раз с образцом сильно смолистого раствора порошка.

В основу указанных опытов был положен факт образования нерастворимых известковых соединений с частью смолистых веществ, содержащихся в растворе черного порошка при обработке последнего известью. Эти смолистые вещества, дающие соединения с известью, как показали специальные опыты, должны быть отнесены главным образом к фенолам. Но независимо от образования нерастворимых известково-фенольных солей при обработке раствора порошка известью возможно еще и адсорбирование выпадающим осадком некоторых соединений нейтрального характера. Так или иначе, но путем обработки раствора черного порошка едкой известью удается

без особого труда повысить крепость порошка до 72—75%.

При выполнении опытов применялся взятый из отстойников химзавода раствор черного порошка со следующими характеристиками: щелочность—0,07%, нерастворимого осадка—0,22%, сухого остатка—5,48%.

Отфильтрованный от осадка и упаренный до суха раствор показал следующий состав (в процентах):

Уксусно-кальциевой соли	58,92
Кристаллизационной воды	6,72
Гигроскопической воды	7,82
Смолистых веществ	18,30
Нерастворимых и потерь	8,24

Всего . . . 100,00

Крепость порошка . . . 63,91

Самые опыты очистки данного раствора производились по следующей общей методике. Определенная навеска раствора нагревалась до известной температуры, обрабатывалась некоторым количеством известкового молока, отстаивалась и наконец фильтровалась. Полученный щелочный фильтрат подкислялся обратно той или иной кислотой до нейтральной и слабощелочной реакции и после вторичной фильтрации, или минуя таковую, упаривался до конечного продукта. Последний представлял собой уже полусерый порошок со значительно сниженной смолистостью.

Процесс образования и выпадения нерастворимых известковых соединений при обработке растворов черного порошка известью происходит во времени, сильно ускоряясь с температурой. Для выяснения этого обстоятельства была поставлена небольшая серия специальных опытов. Для выполнения последних бралась каждый раз навеска в 500 г хорошо отстоявшегося раствора черного порошка указанного выше состава. К этой навеске при температурах 20—50° прибавлялось точно отмеренное количество известкового молока в количестве 5—30 см³. Известковое молоко, применявшееся при этих опытах, было очень хорошего качества, с содержанием гидрата окиси кальция 92,6% от твердого вещества. В табл. 1 (стр. 22) приведены весовые количества последнего, которые прибавлялись к шести навескам порошкового раствора по 500 г. В этой же таблице приведены результаты трех обработок исследуемых растворов.

Первая обработка заключалась в смешении раствора порошка с известковым молоком при определенной начальной температуре. Уже через 1 час после этой обработки оседал на дно стакана резко разграниченный слой осадка. Но полноты осаждения не наблюдалось, так как при дальнейшем стоянии в плотно закрытом стакане раствор

продолжал непрерывно выделять медленно оседающую суспензию. Поэтому на другой день, т. е. через 18 час., все растворы были подогреты до 78°, при какой температуре поддерживались в течение 4—5 час. В результате этой второй обработки выделялось некоторое дополнительное количество осадков. Но и здесь не была еще достигнута полнота осаждения. Только после третьей обработки, на третий день, путем подогрева жидкости во всех стаканах до 100° удалось достичь полноты осаждения, причем выпали последние порции осадка. Контрольными опытами над порциями свежего порошка было установлено, что действительно при температуре около 90—100° процесс выделения осадка после обработки растворов известью происходит полностью в течение 0,5 часа. Последующее перемешивание с известью, стояние или нагревание обработанных подобным образом растворов несколько не увеличивает количества первоначально выделившегося осадка. Отсюда можно сделать вывод, что процесс обработки растворов порошка известью должен происходить при температурах, близких к температуре кипения раствора.

Из табл. 1 можно усмотреть общий характер выпадения осадка при различных условиях. Если принять во внимание конечные результаты операции, полученные после третьей обработки, то можно видеть, что щелочность окончательных фильтров зависит главным образом от избытка введенной извести. Здесь следует указать, что под «щелочностью» фильтрата везде понимается количество избыточной щелочи, приходящееся на 1 см³ фильтрата и измеренное в кубических сантиметрах децинормального раствора кислоты по фенол-фталенину.

С другой стороны, последний столбец этой же таблицы показывает, что количества смолистых примесей, увлеченных известковым осадком, во всех случаях практически очень близки. Приведенные цифры получены по разности между выпавшим осадком и количеством введенной извести с учетом при этом той извести, что осталась в растворе. Подсчет последней произведен по измеренной щелочности фильтрата. Последняя строка таблицы дает суммарный результат опыта для шести навесок. Иными словами, из 13,23 г гидрата окиси кальция, введенного в растворы, осталось в последних 2,49 г, тогда как остальная масса извести пошла на образование осадка, общее количество которого составило 18,76 г. Простой арифметический расчет показывает, что известь увлекла с собой в осадок 8,02 г смолистых примесей. Непосредственный анализ средней пробы известкового осадка показал содержание в последнем 38,4% смолистых веществ. В весовом выражении это составит $18,76 \times 0,384 = 7,21$ г. Таким образом непосредственный анализ очень близко соответствует расчету.

После отфильтровывания все фильтраты были соединены вместе. Их оказалось около 2,5 л со средней щелочностью 0,23 см³ по децинормальному раствору. До окончательной упарки полученного раствора на очищенный порошок надлежало нейтрализовать избыточную щелочность. В производственных условиях для этой цели целесообразнее всего пользоваться кислой ненатравленной подсмольной водой. Однако образец под-

смольной воды, полученный с газогенераторной станции, показал, что последняя при 6,3% летучих кислот содержала в себе 18,2% смолистых примесей. Иначе говоря, применяя для нейтрализации подобную подсмольную воду, пришлось бы вводить в раствор с 1 ч. кислоты около 3 ч. смолистых веществ, почему эффект произведенной очистки был бы ослаблен. В силу этого подсмольная вода была предварительно перегнана, причем был получен 5,2%-ный кислый раствор с ничтожным содержанием смолистых примесей.

При выполнении нейтрализации одна часть всего фильтрата была подкислена до нейтральной реакции, подобной перегнанной подсмольной водой, а другая — непосредственно чистой кислотой. После нейтрализации оба фильтрата слегка помутнели, что может быть объяснено выделением из растворов свободных смолистых веществ. В подобном виде оба фильтрата были упарены, и после высушивания было получено 2 образца очищенного порошка с определенно светлым оттенком. Анализ обоих порошков дал следующие цифры (в процентах), из которых I столбец относится к порошку, нейтрализованному чистой кислотой, а II столбец — к порошку, нейтрализованному перегнанной подсмольной водой:

	I	II
Уксусно-кальциевой соли	70,37	70,84
Кристаллизационной воды	8,03	8,07
Гигроскопической воды	3,16	2,34
Смолистых веществ	13,10	13,88
Нерастворимых и потерь	5,34	4,87
Всего	100,00	100,00
Крепость порошка	72,69	72,51

Таким образом в результате проведенных операций крепость порошка была повышена в среднем на 8,7%. Кроме того, как видно из приведенных цифр, нейтрализация перегнанной подсмольной водой приводит практически к тому же результату, что и нейтрализация чистой кислотой. Следует отметить, что подобный прием нейтрализации избыточной извести перегнанной подсмольной водой сам по себе вводит в раствор некоторое количество чистой уксусно-кальциевой соли и тем самым дополняет тот эффект очистки, который производится удалением смолистых путем осаждения их известью. С другой стороны, применение для нейтрализации избыточной извести перегнанной подсмольной воды должно несколько усложнить технологический процесс очистки. Усложнение это должно проявиться в постановке специального перегонного куба для сырой подсмольной воды.

Нетрудно подсчитать, сколько потребуется кислоты на 1 л фильтрата при легко достижимой щелочности последнего в 0,3 см³ децинормальной кислоты. Получается 30 нормалей кислоты на 1 л, что дает для уксусной кислоты 1,8 г. В переводе же на 1 т фильтрата расход на подкисление должен составить 1,8 кг, считая по безводной кислоте. Указанное подкисление можно производить вообще любой кислотой, например угольной или серной. При нейтрализации щелочного фильтрата указанными кислотами выпадают в осадок карбонат или сульфат кальция, почему в этих случаях необходима дополнительная декантация. Фильтрование здесь не является необходимым

Таблица 1

Последовательный ход осаждения смолистых примесей из растворов черного порошка при повышении температуры

(для 6 навесок по 500 г)

№ опытов	I обработка		II обработка		III обработка			Всего осадка в г	Содержание гидрата окиси кальция в фильтрате в г	Удалено смолистых примесей (по разности) в г		
	температура в °С	количество осадка в г	щелочность фильтра N: 10 раствора в см³	температура в °С	количество осадка в г	щелочность фильтра N: 10 раствора в см³	температура в °С				количество осадка в г	щелочность фильтра N: 10 раствора в см³
1	50	2,89	0,38	70	0,21	0,30	100	0,26	0,24	3,36	0,43	1,25
2	50	4,24	0,37	70	0,23	0,30	100	0,25	0,25	4,72	0,48	1,40
3	40	2,64	0,43	70	0,58	0,31	100	0,23	0,26	3,45	0,49	1,41
4	20	2,38	0,56	70	0,85	0,35	100	0,22	0,26	3,45	0,49	1,45
5	20	1,12	0,47	70	0,79	0,27	100	0,32	0,20	2,23	0,38	1,34
6	20	1,08	0,29	70	0,29	0,17	100	0,18	0,12	1,55	0,22	1,02
Итого в сумме для 6 навесок по 500 г										18,76	2,49	8,02

Таблица 2

Результаты обработки известью растворов порошка различной концентрации при нагревании до 100°

(для 4 навесок по 1 л)

№ опытов	Концентрация раствора в %	Прибавлено гидрата окиси кальция в г	Количество осадка в г	Щелочность фильтра N: 10 раствора в см³	Получено порошка в г	С о с т а в п о р о ш к а в %					
						уксусно-кальциевой соли	влаги кристаллизаци.	влаги гидратации	смолистых	нерастворимых и потерь	крепость порошка
7	5,48	5,04	6,23	0,22	50,5	71,31	8,13	2,12	13,20	5,24	72,73
8	10,68	10,08	12,06	0,34	98,3	70,67	8,06	3,87	12,93	4,47	73,54
9	12,44	12,60	15,84	0,56	118,6	70,18	8,00	3,18	12,00	6,64	72,33
10	12,44	10,08	12,69	0,30	119,4	69,86	7,97	4,88	12,80	4,49	73,46

ввиду плотности осадка, резко и быстро оседающего на дно.

Дальнейшие опыты осветления порошка были произведены по следующей методике. Навеска раствора черного порошка обрабатывалась определенным количеством извести при одновременном пропускании острого пара до температуры кипения. При этом происходило обильное выделение крупно коагулированных хлопьев известково-смольных соединений, которые при стоянии горячего раствора медленно оседали на дно. Процесс декантации резко замедлялся при повышении концентрации исходного раствора. Поэтому применение того или иного фильтрующего устройства для отделения шлама от фильтрата является безусловно необходимым при содержании сухого вещества в растворе свыше 10%. Окончательная нейтрализация фильтратов производилась подкислением перегнанной подсмольной водой. Ввиду того что исходный раствор порошка был сравнительно невысокой концентрации, предварительно были подготовлены более концентрированные растворы.

Подготовка эта производилась путем простой упарки начального раствора. Результаты этих опытов приведены в табл. 2 (стр. 22).

Как можно видеть из табл. 2, повышение концентрации раствора с 5,48 до 12,44% не влияет заметным образом на эффект очистки. Во всех случаях крепость очищенного порошка составляла в среднем 73% при содержании смолистых около 13%. Если принять во внимание, что начальное содержание смолистых в растворе порош-

ка составляло около 18%, то эффект очистки выразился удалением из порошка около четверти содержащихся в последнем смолистых веществ. В пересчете же на крепость порошка очистка повысила последнюю округленно на 10%.

С более смолистым раствором порошка имела возможность произвести лишь один опыт. Были взяты две пробы раствора по 300 см³, причем одна из них была упарена непосредственно, а другая — с обработкой известью описанным выше способом. В конечном результате были получены 2 образца порошков, которые показали при анализе следующие цифры (в процентах).

	Без обработки	С обработкой
Уксусно-кальциевой соли	57,21	73,14
Воды кристаллизационной	6,52	8,33
Воды гигроскопической	3,11	2,06
Смолистых веществ	26,34	12,07
Нерастворимых и потерь	6,82	4,40
Всего	100,00	100,00
Крепость порошка	59,04	74,63

Таким образом во всех случаях конечный результат очистки может быть выражен крепостью получаемого порошка в пределах 72—75%. Эти же последние цифры вместе с тем можно считать предельными для данного метода. Подобное утверждение вытекает из того, что аналогичные цифры независимо от настоящих опытов наблюдались при очистке известью различных образцов подсмольной воды, получаемой при сухой перегонке березы.

Об отгонке скипидара из мыльного щелока

(Лаборатория Долгополянского канифольно-мыльного завода)

И. Г. Ерошевский

Отгонять скипидар из мыльного щелока до осаждения из него мыла можно двояко: либо до поступления щелока на отсолку либо после прибавления к нему соли. При переоборудовании Долгополянского канифольно-мыльного завода было решено отгонять скипидар по прибавлению к щелочи соли. Решение было принято в предположении, что скипидар, не входя в состав мицеллы мыла, находится в мыльном щелоке в виде самостоятельной дисперсной фазы и что из содержащего соль мыльного щелока, из которого благодаря нагреву мыло еще не выпало, скипидар должен отгоняться быстрее, чем из не содержащего соли.

Однако проведенная нами проверочная лабораторная работа доказала обратное, следствием чего явилось изменение этой части производственного процесса.

Нами были проведены три серии опытов.

В первой серии отгонялся скипидар из неотсоленного мыльного щелока, во второй — из мыльного щелока по прибавлению к нему соли, в третьей — из мыльного щелока после введения в него едкого натра. При нагревании мыльного щелока без прибавления к нему соли скипидар отгонялся быстро, и процесс протекал по уравнению реакции первого порядка. Поэтому мы полагаем, что от-

гонка скипидара в этом случае является результатом протекающей в мыльном щелоке реакции первого порядка.

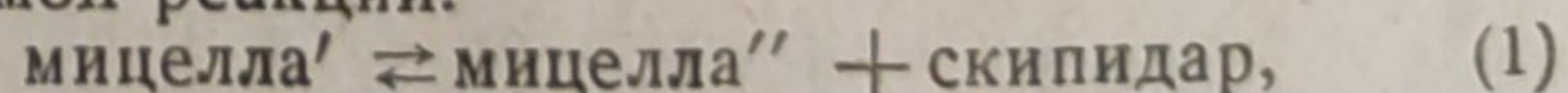
В табл. 1—4 приведены результаты отгонок скипидара из мыльного щелока до отсолки мыла и соответствующие подсчитанные нами значения K_1 (константы равновесия).

Отгонку скипидара из мыльного щелока мы старались проводить равномерно и с такой скоростью, чтобы в 3 мин. дестиллат отогнался в количестве 1% от веса щелока, и этот промежуток времени (3 мин.) принят нами за единицу.

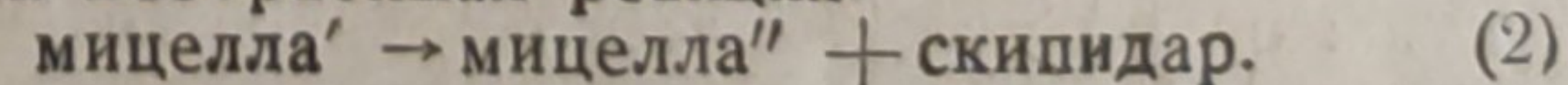
Как видно из таблиц, значение константы K_1 колеблется от 0,14 до 0,20 и в среднем составляет 0,16.

В результате какой же реакции мы имеем такую равномерную отгонку скипидара?

Причиной этого мы полагаем наличие в мыльном щелоке, содержащем скипидар, следующей обратимой реакции:



которая при отгонке скипидара ввиду постоянного удаления одного из компонентов протекает уже как необратимая реакция:



При этом мы полагаем, что скипидар в большей своей части находится в связанном в

Таблица 1

Отгонка скипидара из 300 см³ неотсоленного мыльного щелока

Отгоналось Н ₂ О в см ³	4,00	9,00	14,00	21,00	43,00	56,00	70,00	90,00	115,00	
Отгоналось Н ₂ О в %	1,33	3,00	4,67	7,00	14,33	18,67	23,33	30,00	38,33	--
Отгоналось скипидара в см ³	1,10	2,15	2,90	4,30	5,40	5,70	5,85	5,95	5,95	—
Отгоналось скипидара в объемных процентах	18,50	36,10	48,80	72,30	90,80	95,80	98,30	100,00	100,00	—
K_1	0,15	0,15	0,14	0,18	0,17	0,16	0,17	—	—	Средн. 0,16

Таблица 2

Отгонка скипидара из 300 см³ неотсоленного мыльного щелока

Отгоналось Н ₂ О в см ³	5,00	10,00	15,00	20,00	25,00	35,00	40,00	50,00	60,00	70,00	80,00	90,00	
Отгоналось Н ₂ О в %	1,67	3,33	5,00	6,67	8,33	11,67	13,33	16,67	20,00	23,33	26,67	30,00	—
Отгоналось скипидара в см ³	1,00	1,80	2,40	3,00	3,40	3,90	4,15	4,50	4,70	4,85	4,85	4,85	—
Отгоналось скипидара в %	20,60	37,10	49,50	61,80	70,00	80,40	85,50	92,80	96,90	100,00	100,00	100,00	—
K_1	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,16	0,17	—	—	—	Средн. 0,14

Таблица 3

Отгонка скипидара из 250 см³ неотсоленного щелока

Отгоналось Н ₂ О в см ³	2,00	5,00	10,00	20,00	30,00	45,00	55,00	70,00	105	130	
Отгоналось Н ₂ О в %	0,80	2,00	4,00	8,00	12,00	18,00	22,00	28,00	42	52	—
Отгоналось скипидара в см ³	1,30	2,05	3,00	3,80	4,30	4,55	4,70	4,90	5	5	—
Отгоналось скипидара в %	26,00	41,00	60,00	76,00	86,00	91,00	94,00	98,00	100	100	—
K_1	0,37	0,26	0,23	0,18	0,16	0,13	0,13	0,14	—	—	Средн. 0,20

мишелле состоянии и лишь в незначительной части — в виде самостоятельной несвязанной дисперсной фазы.

Из изложенного следует, что K_1 необратимой реакции (2) будет зависеть от интенсивности удаления скипидара из сферы реакции, или, иначе говоря, указанное выше значение $K_1 = 0,16$ соответствует лишь принятой нами интенсивности отгонки дистиллата (1% от веса щелока в 3 мин.).

Так как отгонка скипидара протекает по уравнению реакции первого порядка, то если бы мы знали K_1 для различной интенсивности отгонки скипидара, мы могли бы произвести расчет соответствующего отгонного куба по формуле:

$$K_1 = \frac{2,3}{t} \lg \frac{m}{m-x}$$

Возьмем для примера наш случай, когда $K_1 = 0,16$.

Задавись использованием скипидара мыльного щелока на 95%, имеем $m = 100\%$, $x = 95\%$, откуда: время отгонки этого количества скипидара $t = \left(\frac{2,3}{0,16} \lg \frac{100}{5} \right) \cdot 3 = 18,69 \times 3 = 56,07$ мин., и

количество отогнанной со скипидаром воды — 18,69% от веса мыльного щелока.

Таким образом, если нам K_1 для данной интенсивности гонки известно, все данные для теплотехнического расчета соответствующего отгонного куба налицо.

Поэтому дальнейшей нашей задачей будет исследование зависимости K_1 от интенсивности отгонки скипидара, и этой работой мы займемся в ближайшее же время.

В табл. 5—7 приводятся опытные данные, полученные нами при отгонке скипидара из мыльного щелока после прибавления к нему поваренной соли, и соответствующие подсчитанные по уравнению реакций второго порядка константы. При подсчете этих констант мы полагали, что в мыльном щелоке по прибавлении к нему соли протекает обратимая реакция второго порядка.

Соотношение компонентов мы принимали таким же, как и соотношение процентного содержания поваренной соли в щелоке к содержанию скипидара в нем, выраженному в объемных процентах. Мы полагали также, что во время отгонки скипидара эта реакция второго порядка становится не-

Таблица 4

Отгонка скипидара из 500 см³ неотсоленного мыльного щелока

Отогналось Н ₂ О в см ³	22,00	30,00	43,00	52,00	71,00	84,00	95,00	110,00	120,00	131,00	143,00	155,00	165,00	180,00	235,00
Отогналось Н ₂ О в %	4,40	6,00	3,60	10,40	14,20	16,80	19,00	22,00	24,00	26,20	28,60	31,00	33,00	36,00	47,00
Отогналось скипидара в см ³	4,60	5,60	6,75	7,40	7,80	8,20	8,50	8,60	8,65	8,80	8,90	9,00	9,05	9,10	9,10
Отогналось скипидара в %	0,92	1,12	1,34	1,48	1,56	1,64	1,70	1,72	1,73	1,76	1,78	1,80	1,81	1,82	1,82
K_1	0,16	0,16	0,16	0,16	0,14	0,14	0,14	0,13	0,13	0,13	0,13	0,15	0,16	—	Средн. 0,15

Таблица 5

Отгонка скипидара из 300 см³ мыльного щелока, отсоленного 5% соли

Отогналось Н ₂ О в см ³	4,00	8,00	12,00	22,00	34,00	52,00	65,00	80,00	110,00	135,00	140,00	156,00	174,00	200,00	
Отогналось Н ₂ О в %	1,33	2,67	4,00	7,33	11,33	17,33	21,67	26,67	36,67	45,00	46,67	52,00	58,00	66,67	
Отогналось скипидара в см ³	0,10	0,20	0,30	0,55	0,80	1,05	1,30	1,50	2,00	2,80	3,05	3,20	3,50	3,75	
Отогналось скипидара в %	0,033	0,067	0,10	0,183	0,267	0,35	0,43	0,50	0,667	0,933	1,017	1,067	1,167	1,25	
K_2 ($a = 5\%$ NaCl и $b = 1,98\%$ скипидара)	0,0024	0,0024	0,0023	0,0024	0,0022	0,0023	0,0023	0,0023	0,0024	0,0031	0,0034	0,0033	0,0035	0,0034	
															Средн. 0,0027

Таблица 6

Отгонка скипидара из 250 см³ мыльного щелока, отсоленного 5% соли

Отогналось Н ₂ О в см ³	10,00	15,00	20,00	40,00	60,00	80,00	110,00	120,00	133,00	143,00	170,00	178,00	195,00	
Отогналось Н ₂ О в %	4,00	6,00	8,00	16,00	24,00	32,00	40,00	48,00	53,20	57,20	68,00	71,20	78,00	
Отогналось скипидара в см ³	0,20	0,40	0,55	1,10	1,55	2,10	2,80	3,50	3,80	4,10	4,25	4,25	4,30	
Отогналось скипидара в %	0,08	0,16	0,22	0,44	0,62	0,84	1,12	1,40	1,52	1,64	1,70	1,70	1,72	
K_2 ($a = 5\%$ NaCl и $b = 2,5\%$ скипидара)	0,0016	0,0022	0,0024	0,0025	0,0025	0,0028	0,0034	0,0041	0,0043	0,0046	0,0042	0,0041	0,0038	
														Средн. 0,0033

Таблица 7

Отгонка скипидара из 500 см³ щелока, отсоленного 5% NaCl

Отогналось Н ₂ О в см ³	8,00	10,00	18,00	24,00	46,00	75,00	103,00	138,00	163,00	193,00	225,00	248,00	276,00	303,00	358,00
Отогналось Н ₂ О в %	16,00	2,00	3,60	4,80	9,20	15,00	20,60	27,60	32,60	38,60	45,00	49,60	55,20	60,60	71,60
Отогналось скипидара в см ³	0,45	0,60	0,80	1,00	1,45	1,80	2,25	2,70	3,30	3,80	4,70	5,50	6,40	7,40	7,90
Отогналось скипидара в %	0,09	0,12	0,16	0,20	0,29	0,36	0,45	0,54	0,66	0,76	0,94	1,10	1,28	1,48	1,58
K_2 ($a = 5\%$ NaCl и $b = 1,82\%$ скипидара)	0,0058	0,0061	0,0051	0,0050	0,0039	0,0031	0,0030	0,0027	0,0029	0,0031	0,0036	0,0043	0,0052	0,0068	0,0072
															Средн. 0,0045

Таблица 8

Отгонка скипидара из 300 м³ мыльного щелока, отсоленного 4% NaOH

Отогналось H ₂ O в см ³	5,00	10,00	17,00	22,00	25,00	30,00	43,00	57,00	70,00	83,00	95,00	109,00	117,00	128,00	141,00	155,0	158,0
Отогналось H ₂ O в %	1,67	3,33	5,67	7,33	8,33	10,00	14,33	19,00	23,33	27,67	31,67	36,33	39,00	42,67	47,00	51,67	52,67
Отогналось скипидара в см ³	0,07	0,12	0,15	0,18	0,20	0,22	0,25	0,32	0,39	0,48	0,53	0,70	0,95	1,30	1,70	2,15	2,17
Отогналось скипидара в %	0,023	0,04	0,05	0,06	0,067	0,073	0,083	0,107	0,13	0,16	0,177	0,233	0,317	0,433	0,567	0,717	0,723
K ₂ (a = 1,5% и b = 1,5% скипидара)	0,0062	0,0055	0,0041	0,0038	0,0037	0,0034	0,0027	0,0027	0,0027	0,0029	0,0027	0,0034	0,0046	0,0063	0,0095	—	0,011 ср. 0,027

Таблица 9

Отгонка скипидара из 300 см³ мыльного щелока, отсоленного 3% NaOH

Отогналось H ₂ O в см ³	5,00	10,00	15,00	30,00	40,00	50,00	70,00	80,00	90,00	100,00	115,00	130,00	145,00	155,00	162,00	172,00	186,00
Отогналось H ₂ O в %	1,67	3,33	5,00	10,00	13,33	16,67	23,33	26,67	30,00	33,33	38,33	43,33	48,33	51,67	54,00	57,33	62,00
Отогналось скипидара в см ³	0,10	0,15	0,20	0,30	0,35	0,38	0,41	0,44	0,46	0,48	0,52	0,55	0,60	0,67	0,72	0,82	1,12
Отогналось скипидара в %	0,033	0,05	0,067	0,10	0,117	0,127	0,137	0,147	0,153	0,16	0,173	0,183	0,20	0,223	0,24	0,273	0,373
K ₂ (a = 1,5 и b = 1,5% скипидара)	0,009	0,008	0,0063	0,0048	0,0042	0,0037	0,0028	0,0027	0,0025	0,0024	0,0023	0,0021	0,0021	0,0022	0,0025	0,0026	0,0035 В ср. 0,0037

обратимой и идет до конца в направлении выделения скипидара.

Как видно из таблиц, наши предположения оправдались, и подсчитанные нами константы оказались близкими друг к другу.

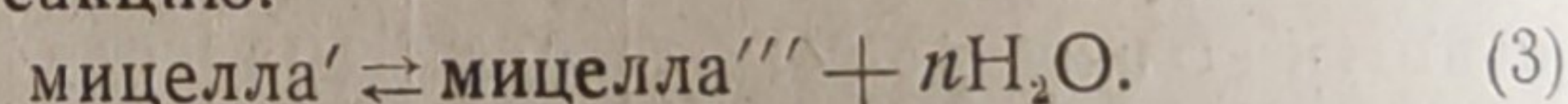
Аналогичные цифры получались и с отгонкой скипидара из мыльного щелока, отсоленного едким натром. K₂ оказалось и в этом случае близким к постоянной величине. При подсчете значений K₂ в этом случае мы принимали концентрации реагирующих компонентов равными между собой и одновременно равными концентрации скипидара в щелоке.

Сравнивая скорости отгонки скипидара из неотсоленного мыльного щелока и из отсоленного, мы должны прийти к выводу, что из неотсоленного мыльного щелока скипидар отгоняется значительно быстрее, чем из отсоленного. Это происходит потому, что скорость реакции первого порядка, протекающей в мыльном щелоке при отгонке скипидара до отсолки, значительно больше скорости реакции второго порядка, имеющей место при отгонке его по прибавлению соли. Поэтому в производстве выгоднее отгонять скипидар из неотсоленного мыльного щелока.

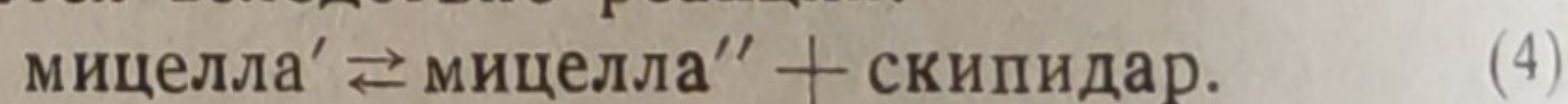
В результате какой же реакции второго порядка происходит отгонка скипидара при отсолке мыльного щелока как поваренной солью, так и едким натром?

Мы знаем, что при отсолке канифольно-мыльного щелока происходит дегидратация мицелл коллоида, а также знаем, что канифольное мыло является коллоидом обратимым.

Поэтому мы вправе написать следующую обратимую реакцию:

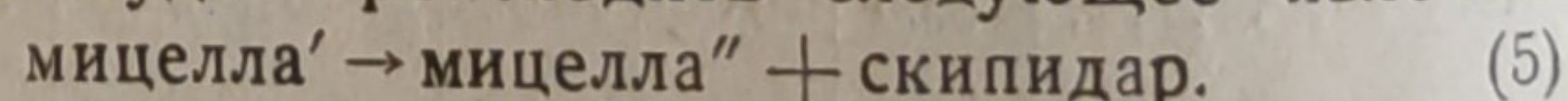


В отсоленном мыльном щелоке у нас очевидно большая часть канифольного мыла находится в виде мицеллы''' и лишь незначительная — в виде мицеллы', часть же — в виде мицеллы'', которая образуется вследствие реакции:

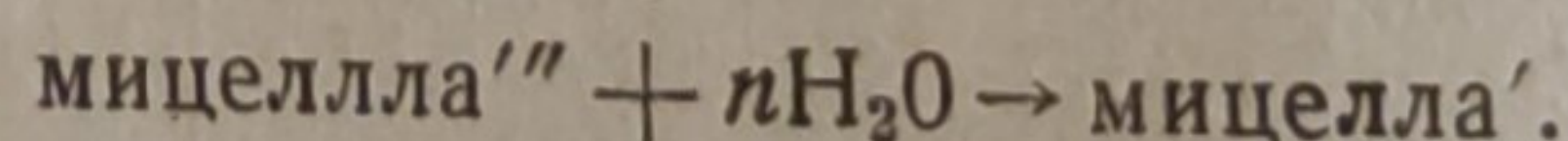


Мы полагаем, что при кипячении мицелла''' почти не распадается с выделением скипидара.

Тогда при кипячении мыльного щелока после отсолки будет происходить следующее явление:



Следовательно мицелла' будет уходить из сферы реакции (3), и эта реакция пойдет в сторону образования мицеллы', т. е.:



Но это — реакция второго порядка и протекает она со значительно меньшей скоростью, чем распад мицеллы', и поэтому при отгонке скипидара после отсолки мыльного щелока мы наблюдаем скорость именно этой реакции, и выведенные K₂ относятся к ней.

Выводы

1. Скорость отгонки скипидара из неотсоленного мыльного щелока значительно больше скорости отгонки его из отсоленного щелока.

2. Отгонка скипидара из неотсоленного мыльного щелока протекает по уравнению реакций первого порядка и есть результат протекающей в мыльном щелоке реакции первого порядка.

3. Отгонка скипидара из отсоленного мыльного щелока протекает по уравнению реакций второго порядка и есть результат протекающей в отсоленном мыльном щелоке реакции второго порядка.

4. Установление дополнительным исследованием зависимости значений K_1 от интенсивности отгонки скипидара даст возможность проводить точный теплотехнический расчет кубов для отгонки скипидара.

Комплексное использование сосновой лапки на Тихвинском лесохимическом заводе

Инж. А. Е. Сучков

До настоящего времени у нас в Союзе перерабатывалась сосновая лапка на небольших кустарных заводах с целью получения соснового эфирного масла и экстракта, при этом в качестве отхода получалась вываренная хвоя, которая на этих производствах не использовалась. Давая продукты сравнительно низкого качества и не занимаясь переработкой отработанной хвои, эти заводы вынуждены были закрываться в силу своей нерентабельности. За границей еще до империалистической войны отработанная хвоя теми или иными методами перерабатывалась или на волокно, потребляемое текстильной промышленностью, или же на волокнистый материал, потребляемый мебельной промышленностью. В 1931 г. в г. Тихвине был построен впервые в СССР завод по утилизации одного из видов лесных отходов — сосновой лапки. Перед заводом была поставлена задача — наряду с получением соснового эфирного масла и экстракта перерабатывать и отход производства — отработанную хвою.

Разработанный группой инженеров и практиков технологический процесс в первые годы работы завода не дал ожидаемого эффекта. Процесс давал заниженные выходы экстракта: вместо 9%, получаемых в настоящее время, — только 2,5%.

Переработка отработанной хвои на волокнистый материал производилась сравнительно дорогим и сложным методом, т. е. отработанная хвоя обрабатывалась 2%-ным раствором каустической соды в автоклаве, несколько раз промывалась водой, затем подвергалась расщеплению на отдельные волокна в лопастном вентиляторе и высушивалась. При работе по этому методу затрачивались большие количества пара, воды и дефицитной каустической соды на единицу продукции, а отсюда получалась высокая себестоимость волокнистого материала.

Нерентабельность завода в первые годы его работы создало угрозу его закрытия, и у работников треста Ленхимлес были попытки, идя по линии наименьшего сопротивления, законсервировать завод.

Выполняя наказ нашего любимого вождя т. Сталина о том, что необходимо осваивать производства, рабочие и ИТР завода, не получая должной поддержки со стороны вышестоящих организаций, пошли по указанному пути и на сегодня наказ с честью выполнили. Завод, нерентабель-

ный в прошлом, теперь вполне рентабелен. Причина убыточности завода в начале его работы заключалась в неправильном технологическом процессе. Пишущим эти строки после лабораторной проработки была изменена аппаратура и был совершенно изменен технологический процесс, который в настоящее время сводится к следующему: загруженная в деревянные экстракторы сосновая лапка подвергается действию острого пара с целью получения эфирного масла и затем два раза экстрагируется кипящей водой, причем одновременно отгоняется оставшееся в хвое эфирное масло. После этого производится разделение веточек от хвои, и последняя поступает для расщепления на волокна в аппарат, представляющий собой железный барабан, в котором вращается вал с насаженными на него зубьями. Степень расщепления хвои на волокна зависит от времени пребывания в аппарате. Весь процесс расщепления продолжается 30—40 сек. Подготовленная таким образом сырая волокнистая масса поступает на сушку с целью получения готового фабриката. При работе по этому методу получают большие выходы экстракта, не требуется дополнительного процесса — варки в автоклаве отработанной хвои с раствором каустической соды, т. е. не нужен дорогостоящий и трудоемкий процесс. Качество же получаемого волокнистого материала — его механические свойства — такие же, как и при обработке его раствором каустической соды в автоклаве. Следует дополнить, что волокнистый материал имеет преимущество, а именно сохраняет запах.

Из сосновой лапки, длина которой колеблется от 20 до 25 см, на заводе получают следующие выходы: эфирного масла — 0,2%, экстракта плотностью 30 Вé—9% и волокнистой массы — 15%.

Перед заводом на ближайшее время поставлена задача — не останавливаясь на достигнутых успехах, полностью очистить сосновые лесосеки от отходов, употребляя лапку в производстве, а сучья — как топливо для получения пара и силовой энергии. Сейчас заготавливается только сосновая лапка. Вывозя отходы, завод экономит рабочую силу и средства, необходимые для очистки лесосек, и выпустит на внешний и внутренний рынок ценную лесохимическую продукцию.

В отношении сбыта этой продукции следует указать, что рынок предъявляет неограниченные требования на волокнистый материал; что же ка-

сается соснового экстракта, то на него предъясняется несколько меньший спрос, который все же из года в год возрастает. На сосновое эфирное масло имеется спрос у экспортирующих организаций.

Волокнистый материал под названием «иглит» находит применение в мебельной промышленности как набивочный материал, занимая по своим качествам промежуточное положение между волосом и стружкой. Учитывая все возрастающий спрос со стороны трудящихся на мягкую мебель и огромный дефицит, ощущаемый нашей мебельной промышленностью в набивочных материалах, на расширение выпуска этого вида продукции следует обратить сугубое внимание, так как мебельные фабрики, применяющие в качестве набивочного материала древесную стружку, выпуска-

ют продукцию низкого качества. На полное же удовлетворение мебельной промышленности волоком рассчитывать в ближайшее время нельзя.

Сосновый экстракт идет для внутреннего рынка, главным образом для медицинских целей.

Учитывая, что утилизация одного вида лесных отходов разрешена положительно в заводском масштабе, учитывая потребность промышленности, а также и нашей мебельной промышленности, Наркомлесу необходимо ближе заинтересоваться заводом путем командирования своих представителей для ознакомления с работой завода и в самое ближайшее время приступить к постройке аналогичных заводов, тем более, что такие заводы не требуют больших капиталовложений и дефицитной аппаратуры.

ПЕРЕВОДЫ И РЕФЕРАТЫ

Производство концентрированной уксусной кислоты непосредственно из древесного уксуса новейшими методами

М. Klar, „Chem. Ztg.“, № 77,26/IX 1934.

Появление, начиная с 1915 г., в ряде стран синтетических способов получения уксусной кислоты создало сильную угрозу существованию промышленности сухой перегонки дерева, являвшейся до этого времени почти единственным источником получения концентрированной уксусной кислоты.

В настоящее время путем сухой перегонки дерева ежегодно получается, по подсчетам Кляра, около 80 тыс. т уксусной кислоты (в 100%-ном выражении), а из карбида кальция или из ацетальдегида — около 100 тыс. т. Таким образом промышленность сухой перегонки дерева не была вытеснена синтетическими способами получения уксусной кислоты. Это объясняется сильным возрастанием спроса на уксусную кислоту и ее производные (например в США потребление этилацетата и бутилацетата с 1922 по 1929 г. выросло в 11 раз) и значительным улучшением способов переработки древесного уксуса.

В настоящее время ни одно рентабельное предприятие сухой перегонки дерева не может позволить себе добывать уксусную кислоту старым способом, через древесный порошок.

Как известно, в состав древесного уксуса (жижки, по нашей обычной терминологии) входит около 8% летучих органических кислот, около 3% древесного спирта (метанол, метил-ацетат, ацетон, аллиловый спирт, ацетальдегид), около 7% растворимой смолы или смолообразователей, масел и около 82% воды.

Наибольшую трудность при получении концентрированной уксусной кислоты представляет отделение так называемых «смолообразователей», которые легко перегоняются с парами воды.

Но все же идея разделения составных частей древесного уксуса путем фракционированной перегонки с целью избежать дорогого способа получения уксусной кислоты через уксусно-кальциевую соль теоретически вполне осуществима. В крупном масштабе соответственные опыты были проведены Штрекером в 1910 г. Практически же этот способ привиться не мог из-за значительного расхода пара. Такую же судьбу потерпели и многочисленные другие способы, основанные на связывании уксусной кислоты в виде кислых ацетатов, разлагаемых далее термическим путем. Обработка древесного уксуса или его паров связывающими воду неорганическими веществами также не дала преимуществ перед старым способом. Избирательная абсорбция древесноуксусных паров древесным или активированным углем, перевод уксусной кислоты в сложные эфиры с метанолом или этанолом с последующей отгонкой образовавшихся эфиров и их омылением и вымораживание древесного уксуса с добав-

лением органических растворителей или без добавления их также не смогли осуществиться при современной цене на уксусную кислоту.

Лишь применение органических веществ для экстракции и абсорбции уксусной кислоты или же органических азетропически действующих (оттягивающих воду) веществ дало возможность значительно снизить себестоимость уксусной кислоты, получаемой из продуктов сухой перегонки дерева.

Родоначальником этих способов является Теодор Геринг (1844—1907). В его патенте, выданном в Германии за № 28064 от 18/XII 1883 г., заложены уже все основы будущего экстракционного способа, как это видно из патентного описания:

«Бродильный уксус или другой содержащий уксусную кислоту водный раствор приводится в тесное соприкосновение как таковой или с прибавлением какой-либо соли с этиловым или с уксусным эфиром или с аллиловым спиртом или с другой какой-либо жидкостью подобного характера. Для достаточного исчерпывания уксусной кислоты из экстрагируемой жидкости соприкосновение (экстракция) должно проводиться систематически, т. е. так, чтобы в экстракционных сосудах, применяемых или по одному или комбинированно, между обоими жидкостями поддерживался противоток.

Этим достигается кроме того соответствующая первоначальной крепости уксуса степень насыщенности экстракционного средства, что уменьшает его расход. Исчерпанная в отношении уксусной кислоты жидкость поглощает известное количество экстракционного средства, которое возвращается путем отгонки. При изготовлении концентрированной уксусной кислоты в качестве экстракционного средства применяется легко кипящий эфир. Он удаляется при последующей перегонке с умеренной дефлегмацией почти свободным от уксусной кислоты, которая остается в виде остатка».

Тогдашняя промышленность сухой перегонки дерева не оценила этого изобретения, и патент пролежал 39 лет, пока идея не была использована впервые американцем Брюстером, применившим способ экстракции в промышленности.

Кляр зарегистрировал в своей картотеке 125 патентов по экстракции уксусной кислоты, отнюдь не претендуя на абсолютную полноту ее.

Одни изобретатели применяли подобно Герингу растворители, кипящие ниже уксусной кислоты, как-то: сложные эфиры, кетоны, углеводороды, хлорированные углеводороды или смеси подобных растворителей. Герман Сюида применил растворитель с температурой кипения

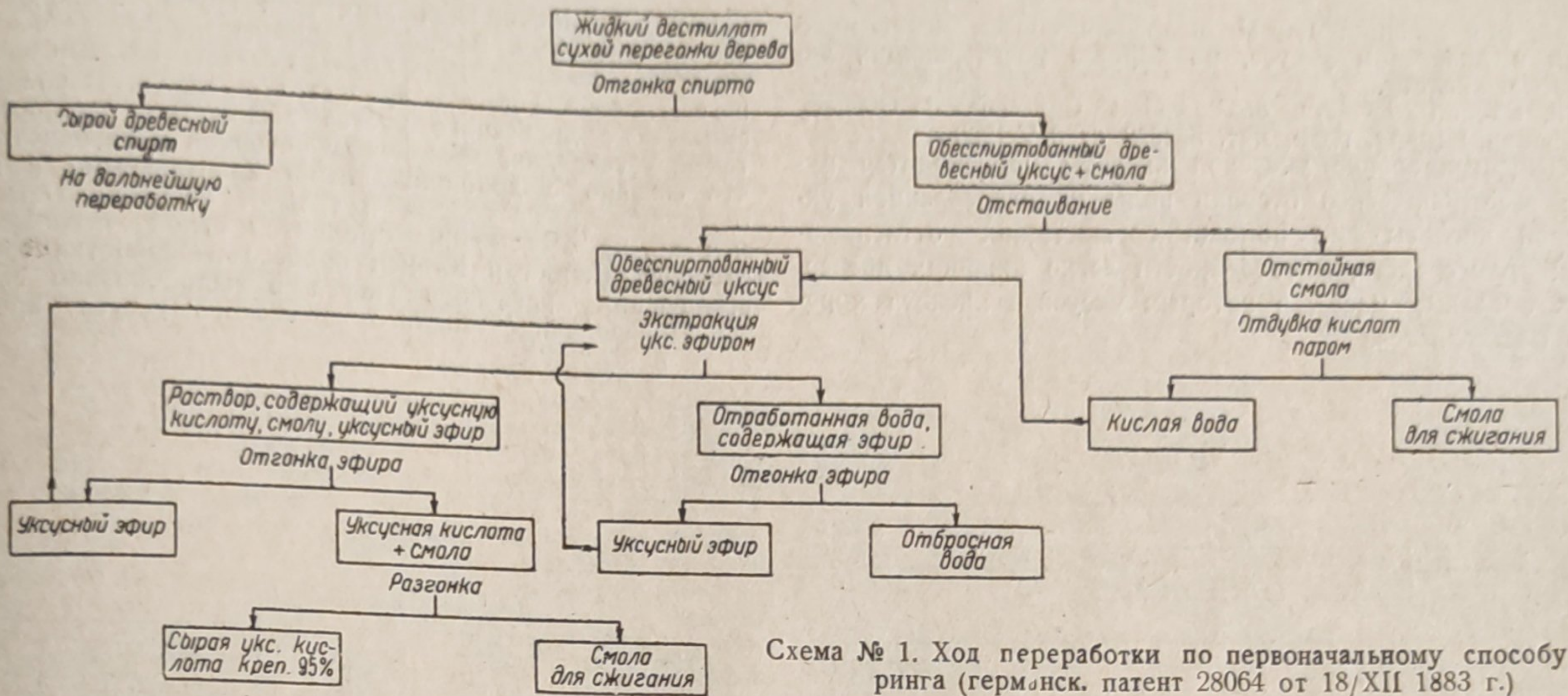


Схема № 1. Ход переработки по первоначальному способу Геринга (германск. патент 28064 от 18/XII 1883 г.)

выше 150° Ц (смоляные масла) и в отличие от способа Геринга проводит извлечение уксусной кислоты при температуре около 100° Ц. В его способе уксусная кислота при перегонке экстракта под вакуумом отгоняется как дистиллат, оставляя в остатке растворитель, поступающий снова в процесс.

Начало другой группы методов положили Лео Маркваль (герм. пат. 172931 от 5/X 1904 г.) и А. Голодец и Б. Бенедикс (герм. пат. 286425 от 22/X 1911 г.).

В основу их методов положен принцип азеотропического оттягивания воды из слабых растворов уксусной кислоты при помощи органической жидкости, образующей с водой двойную смесь с минимальной точкой кипения. Уксусная кислота, как и в способе Геринга и подобных ему, получается в виде остатка после азеотропической перегонки слабой уксусной кислоты.

Из всех многочисленных описанных в патентной литературе способов непосредственного получения уксусной кислоты из древесного уксуса в промышленности сухой перегонки дерева привились лишь следующие методы.

I. Принцип Геринга. Растворители: уксуснокислый и другие сложные эфиры, серный эфир, спирты, кетоны, углеводороды, хлорированные углеводороды, — все с точкой кипения ниже температуры кипения уксусной кислоты, мало или совсем нерастворимые в древесном уксусе, но являющиеся хорошими растворителями для уксусной кислоты.

Здесь относятся следующие способы:

а) Способ Т. И. Брюстера (анг. пат. 187603 от 1922 г.; франц. пат. 557505 от 17/X 1922 г.; канадский пат. 247385 от 7/III 1924 г.; в США патент не был выдан вследствие наличия патента Геринга).

б) Способ фирмы Distilleries des Deux Sevres.

в) Мелле (Франция), известной сокращено под маркой D. D. S. Для примера приведем герм. патент 559834 от 3/VI 1929 г.

II. Способ Германа Сюйда (многочисленные патенты в разных странах).

Экстрагирование при повышенной температуре при помощи высококипящих древесных смоляных масел с тем-

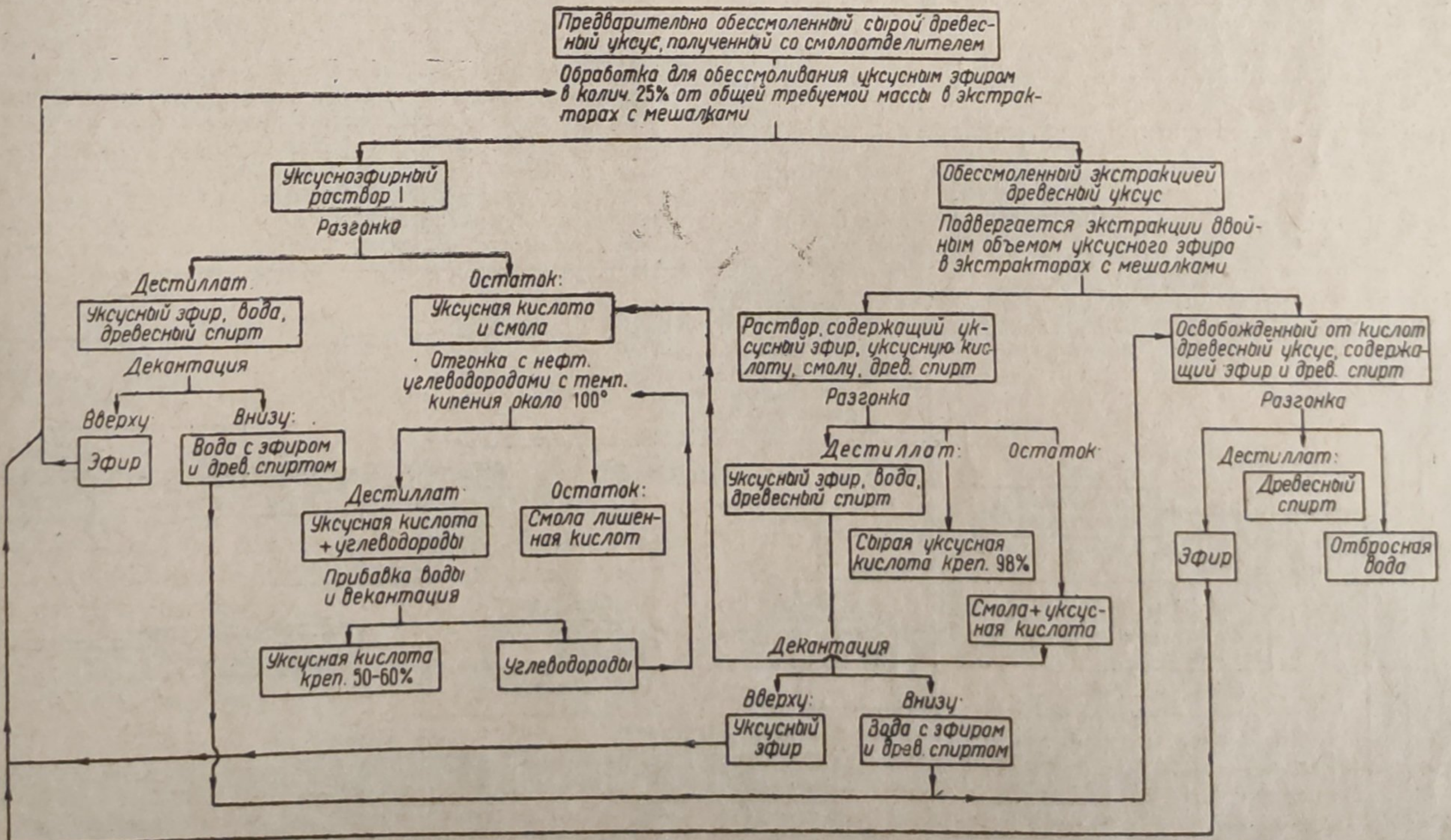


Схема 2. Ход переработки по способу D.D.S.—Геринга („Chim. et Ind“, Vol. 21, № 2, 1929).

пературой кипения 150° Ц, мало или совсем нерастворимых в древесном уксусе, но хорошо растворяющих уксусную кислоту.

III. Способ Soc. An. des Product Chimique de Clamecy (Франция) (напр. герм. пат. 534698 от 6/V 1926 г.

Концентрирование уксусной кислоты производится путем азеотропической отгонки воды из разбавленной уксусной кислоты при помощи органических оттягивающих воду средств, в особенности легко кипящих древесных смоляных масел, в которых уксусная кислота хорошо растворяется.

Ход переработки для этих трех групп способов показан на рис. 1—4. В способе фирмы Distillerie des deux Seines и Мелле (рис. 2) в отличие от первоначального способа Геринга требуется предварительное обесмоливание древесного уксуса посредством смолоотделителей, устанавливаемых между ретортой и конденсатором, что связано с дополнительными капитальными и амортизационными расходами и требует некоторого расхода энергии на отсасывание продуктов сухой перегонки. В способах Сюида и Кламси процесс переработки требует применения древесного уксуса в парообразном состоянии. Выпаривание жидкого древесного уксуса при ра-

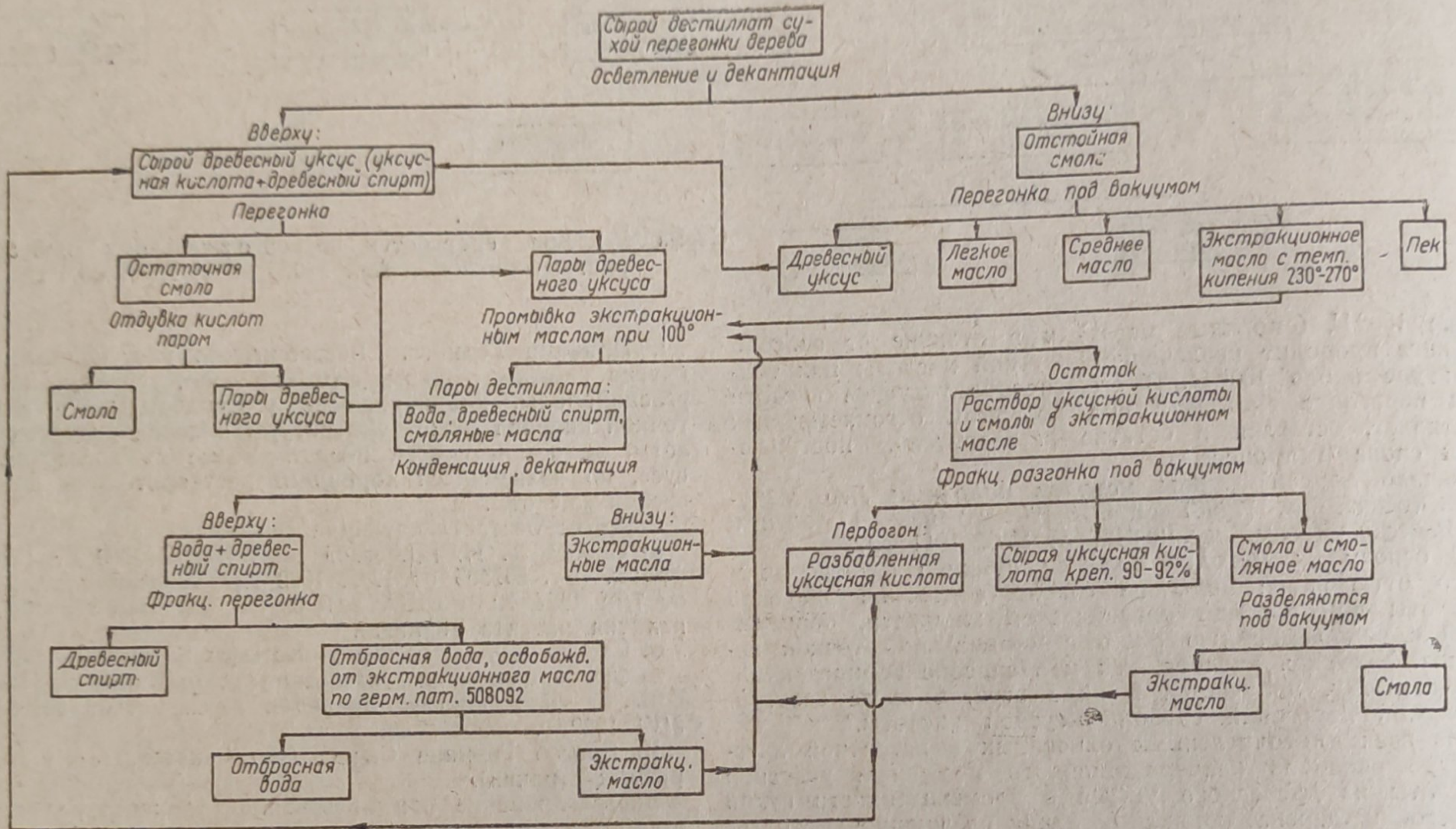


Схема 3. Ход переработки по способу Сюида

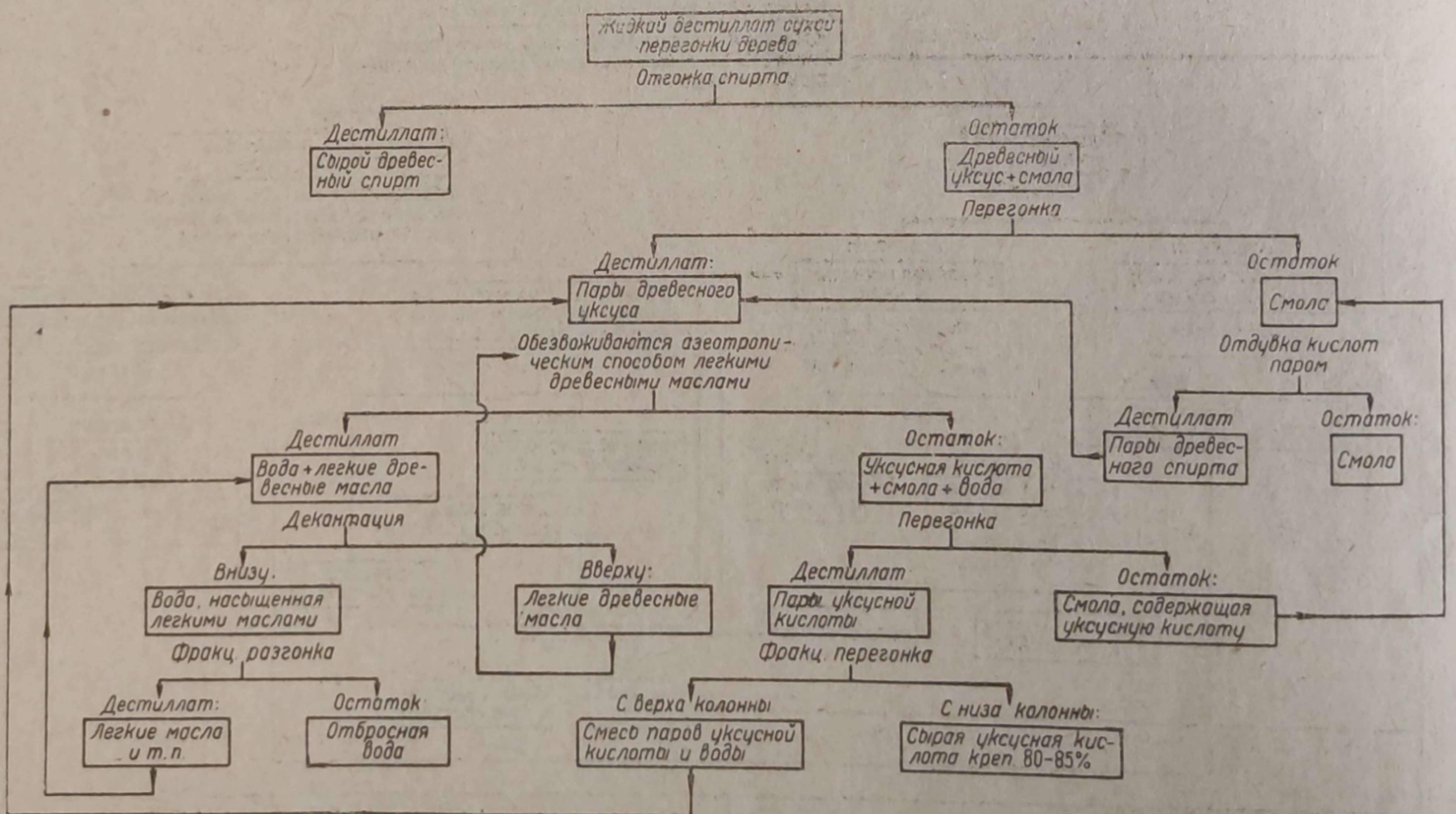


Схема 4. Ход переработки по способу Кламси («Chim. et Ind.», Vol. 22, № 6, 1929)

боте по этим методам вызывает дополнительный расход пара (приблизительно на 1 кг 100%-ной уксусной кислоты, содержащейся в древесном уксусе, 10 кг пара давлением 6 ат).

Продукт, получаемый после экстракции, наряду с уксусной кислотой содержит всегда еще смолу и немного воды. Отделение уксусной кислоты (или вернее летучих кислот) от смолы производится путем фракционной перегонки при атмосферном или пониженном давлении.

В способе D. D. S. уксусная кислота получается из ее смеси со смолой азеотропическим путем при помощи вдувания паров углеводорода с температурой кипения 100°C , образующего с уксусной кислотой бинарную смесь с минимальной точкой кипения. В способе Брюстера (эфир в качестве экстрагирующего средства) сырая уксусная кислота получается концентрации лишь 60—70%, в других же способах достигается концентрация свыше 85%, а при применении в качестве экстрагирующего средства уксусного эфира даже 96% и выше.

При очистке уксусной кислоты до товарного продукта приходится иметь дело и с освобождением уксусной кислоты от ее гомологов. В летучих кислотах, содержащихся в смеси со смолой после извлечения из кислоты муравьиной и 4% масляной кислоты и других гомологов (все в пересчете на уксусную кислоту).

Сырая уксусная кислота, содержащая наряду с этой смесью кислот еще 5—15% воды, может уже применяться для производства сложных эфиров, но для получения чистой ледяной кислоты и уксусной кислоты для пищевых целей из сырой кислоты должны быть тщательно удалены все побочные продукты (муравьиная кислота, высшие гомологи уксусной кислоты, лактоны, остатки экстракционных средств, вода и т. д.). Достигается это путем фракционной перегонки, проводимой в нескольких колонных аппаратах, большей частью непрерывно действия.

Кляр указывает следующие причины потерь кислоты в этих способах.

1. Ошибки (преувеличения) при аналитическом определении содержания летучих кислот в древесном уксусе, возникающие вследствие наличия в последнем также и других связывающих щелочь органических продуктов.

2. Неполное исчерпывание уксусной кислоты при экстракции, в результате чего в отходящей воде содержится еще некоторое количество уксусной кислоты. Извлечение этих остатков однако экономически совершенно невыгодно.

3. Неполное освобождение от кислот смолы, остающейся от отгонки уксусной кислоты.

Общий выход кислоты в виде товарного продукта по Кляру составляет около 85% от летучих кислот, содержащихся первоначально в древесном уксусе.

Указываемые же иногда в литературе более высокие выходы являются лишь исключением и объясняются более высокой концентрацией древесного уксуса.

Выхода уксусной кислоты из древесного уксуса при разных способах переработки через древесный порошок, путем экстракции или азеотропического обезвоживания, по мнению Кляра, почти одинаковы, и повышение выходов при введении того или другого нового способа объясняется лишь плохой организацией ранее работающего порошковым способом предприятия. Выгоды способа непосредственного получения уксусной кислоты заключаются не в этом, а в значительном снижении себестоимости уксусной кислоты, которая становится не более дорогой, чем при синтетических способах.

Другое важное преимущество новых способов Кляр видит в том, что их появление позволило заняться выпуском товарной уксусной кислоты и менее крупным предприятиям, тогда как получение кислоты из порошка было доступно лишь крупным фирмам.

Способ непосредственного получения уксусной кислоты позволил снизить накладные расходы и создал благоприятную обстановку для конкуренции с синтетическими способами.

В. С.

Непосредственное превращение скелетного вещества соломы в ацелированный углевод

R. S. Hilpert, O. Peters. „Ber.“ 68, 1575 (1935).

Работа Гильперта и Литмана (см. реферат в № 9 «Лесохим. промышленности» за текущий год), по мнению авторов, показала, что лигнин в обычном смысле слова в соломе нет. Более богатое содержание углерода в соломе (48—49%), чем в целлюлозе (44,5%), они объясняли наличием в соломе ангидрида целлюлозы $2\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5-\text{H}_2\text{O}$. Авторы попытались доказать это путем ацелирования соломы обычной ацелирующей смесью в присутствии серной кислоты при обыкновенной температуре. Солома предварительно обрабатывалась щелочью при обыкновенной температуре, при этом переходило в раствор 20—30%. В остатке оставалось вещество состава $2\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5-\text{H}_2\text{O}$. Количество пентозанов возросло с 24% в соломе до 29% в остатке; это показывает, что в раствор перешли главным образом гексозаны. Метоксилов частью перешли в раствор, частью остались в соломе.

Ацетат соломы высаживался из раствора водой и обладал свойствами триацетилцеллюлозы. Следовательно при ацелировании ангидрид целлюлозы переходил сначала в целлюлозу, а последняя уже ацели-

ровалась. Ацелированная солома содержала все количество пентозанов и метоксилов, которые находились в веществе перед ацелированием. В исходной соломе и в соломе после обработки щелочью найдено по Кенигу при температуре $20-30^{\circ}$ около 30% псевдолигнина, причем в первом случае в нем находилось около половины, а во втором — 73% всех метоксилов. В псевдолигнине из ацелированного продукта находится 60% всех метоксилов. Последний лигнин был уже совершенно изменен и не мог превращаться при обычных условиях в ацетат. Это, по мнению автора, окончательно доказывает, что вещество, выделяемое кислотами, есть продукт реакции углеводов. Авторы нашли, что ацелированная солома не окрашивается при действии хлора или гипохлорита в оранжевый цвет и не дает с ними заметной реакции. Точно так же она индифферентна к содовому раствору перманганата. Это показывает, что осмояемая кислотами и содержащая метоксилов часть соломы не обладает характером ненасыщенных соединений.

П. О.

Производство смолопродуктов в Германии

„Naval Stores Review“, 1935, № 25, Sept. 21, p. 4.

Принимают, что производство смолопродуктов в Германии в текущем году составит приблизительно 393 571 галлон скипидара (около 1 300 т) и 3 500 т канифоли. Эксплуатируемая площадь лесов, по информации Торгового департамента США, составляет 10 000 га. Сообщают, что вновь разработанный процесс, применяемый в округе Luneberg даст возможность получить 400—500 кг сырой

живицы с 1 га (350 стволов). Разработан также процесс получения темной канифоли из шпней. Специалисты считают, что Германия может выработать в год до 15 тыс. т светлой канифоли и 283 371 галлон (около 920 т) скипидара, что соответствует приблизительно одной четверти потребности в этих продуктах.

Л. Г.

Иностранная патентная литература по лесохимии за последние 5 лет

(Доклад эксперта Бюро новизны Комитета по изобретательству при СТО инж. Ф. Ф. Рыбкина в Главлесхиме 14 сентября с. г.).

Доклад охватывает патентную литературу Германии,

Франции, Австрии и Англии за период с 1930 по 1935 г. Следует заметить, что все более или менее интересные предложения обязательно патентуются в Германии, вследствие чего можно считать, что в докладе на-

шли отражение и изобретения, сделанные в США, в Швеции и некоторых других странах.

В области тематики доклад затрагивает патенты по получению и облагораживанию канифоли, по сухой перегонке дерева, по использованию побочных продуктов сухой перегонки (в частности по концентрированию уксусной кислоты) и по гидролизу древесины.

Основными вопросами, занимающими изобретателей в этих областях, являются концентрирование уксусной кислоты и гидролиз древесины, в особенности при помощи соляной кислоты.

Ниже излагается вкратце содержание выданных патентов, причем указаны последовательно: страна, в которой патент выдан (Ав.—Австрия, Ан.—Англия, Г.—Германия, Фр.—Франция); № патента; до кривой черты—год заявки, после кривой черты—год выдачи патента; фирма и фамилия изобретателя.

Канифоль и ее переработка

Получение канифоли из живицы с разбавлением скипидаром; способ отличается тем, что перед перегонкой смолы прибавляют 33—75% скипидара. Г. 570770, 1929/1933, Tomeo-Lacoue.

С целью получения светлой канифоли живицу обрабатывают при низкой температуре растворителем, не растворяющим воду и красящее вещество. В качестве растворителя применяют легкие нефтяные погоны, хлорированные углеводороды. Фр. 716282, 1931/1931. Soc. l'Etude et d'applications pour le progrès de l'industrie Résimière (Gironde).

После обычной дистилляции живицы продолжают дистилляцию под возможно глубоким вакуумом. Фр. 720759, 1930/1932, C. Granel et J. Boulin.

Для очистки смол раствор смолы в органическом растворителе обрабатывают фенолом, хлоргидрином, сернистым ангидридом, анилином. Г. 577723, 1927/1933, Heoule Powder Company.

Способ получения бесцветной трудно кристаллизуемой канифоли состоит в том, что предварительно обесцвеченная канифоль подвергается нагреванию в течение от 10 мин. до 8 час. до 260—325° (продолжительность зависит от сорта канифоли). Г. 585529, 1930/1933, Newport Industries.

Для очистки и обесцвечивания канифоли раствор канифоли в скипидаре обрабатывают резорцином, который затем регенерируется из отхода посредством промывания водой и выпаривания водного раствора. Г. 523938, 1928/1931, The Newport Company in Carrollville.

Сухая перегонка дерева

В основном предлагаются конструкции передвижных разборных печей и целых установок. Патентов на печи большой производительности почти нет.

Suida предлагает вести перегонку дерева с использованием в качестве теплоносителя перегретых до 300—350° паров органических веществ, кипящих в пределах 80—110° и не смешивающихся с водой (например смоляное масло, температура кипения 90—105°, бензол, бензин и т. д.). Для сушки могут быть применены перегретые пары веществ, кипящих от 70 до 200°.

В примерах указывается, что при 30% влажности дерева без предварительной сушки получалась жижка с содержанием 7% уксусной кислоты, после же применения сушки по методу заявителя концентрация уксусной кислоты поднялась до 12—15%. Ав. 133675 и 133676, 1931/1933, Suida.

Древесный уголь получается при температуре выше 700°. Во время процесса уголь может обрабатываться водяным паром. Ан. 348096, 1929, Ulmann, Lutz. u. Umlaut. Vien.

Растительные материалы перегоняются в атмосфере аммиака при температуре до 400°. Остаток может применяться в качестве удобрения, кроме того получают азотосодержащие масла и газ, содержащий CO₂, CH₄ и газообразные амины. Например опилки перегоняются при 250—310° в течение 4½ час. Твердый остаток содержит от 8 до 12% N. Ан. 406602, 1931, Matignon and Kachkaroff, France.

Сухая перегонка с непосредственным нагревом газами, получаемыми в отдельной топке. Эти газы перед поступлением в реторту проводятся через уголь, помещенный в ящике в дымоходе, с целью освобождения от кислорода. На топке установлен парообразователь, пар из которого подводится под колосники топки. Продукты горения проходят последовательно через две реторты (в одной — в прямом направлении, в другой наоборот), затем из них выделяются продукты перегонки. Г. 524555, 1928/1931, La Carbonisation Société Général d'Exploitation des Carbones.

Сухая перегонка опилок и т. п. в капсулах непрерывным способом. Капсуль металлический, с крышкой, устройство которой допускает выход летучих продуктов перегонки. Отопление своими газами. Вертикальная шахта, разделенная несколько наклонными направляющими на две части, между которыми расположено топочное пространство. В каждую часть шахты в ширину укладывается одна капсуля, опускающаяся вниз; по высоте шахты таких капсулей (одна над другой) помещается большое количество. Г. 501465, 1926/1930, A. U. S. Giorla.

Разборная печь для сухой перегонки дерева. Днище ее, состоящее из нескольких сегментов, имеет дыры с отбортованными краями. Вокруг днища устанавливается сборный воротник для подвода воздуха, а на него — несколько поясов, каждый из которых вверху имеет жолоб, в котором ставится следующий пояс. Крышка снабжена ходами для отвода газов в случае использования летучих продуктов. Внутри реторты по оси установлена труба, опирающаяся на треногу и служащая при розжиге печи и для поддержания крышки. Даны конструктивные указания скрепления деталей. Фр. 716487, 1931/1931, J. Moni g.

Видоизменение предыдущей печи. Сущность изменения в том, что нижний пояс имеет двойные стенки, между которыми собирается конденсат, осаждающийся на верхних поясах. Далее конденсат выходит через воротник. Для конденсации прочих летучих на крышке устроены башенки с перегородками, служащие воздушными холодильниками. Фр. 42330, доп. к 716487, 1932/1933, Monier.

Выемная вертикальная реторта с обогревом за счет сжигания внутри ее части дров помещается в двустенный кожух, между стенками которого насыпается земля, песок и т. п. с целью аккумуляции тепла. Реторты могут быстро заменяться, благодаря чему получается экономия топлива. Дно реторты перфорированное, для стекания смолы. Сверху реторта закрывается или плоским перфорированным диском или конусной крышкой, верхняя часть которой выполнена жалюзиеобразной. Фр. 692182, 1930, A. Barrère.

Вертикальная реторта с обогревом за счет сжигания части горючего внутри реторты. Имеет по высоте несколько вводов для воздуха и выводов для газов. Сначала воздух вводится только в верхнюю зону. За счет тепла этой зоны нагревается нижележащая зона, и из нее выплавляется первичный деготь. Когда в первой зоне начнется экзотермическая реакция, ввод воздуха прекращают. Затем закрывают и вывод газов, открывают ввод воздуха и вывод газов во второй зоне и т. д. Снизу имеется сифон для отвода первичного дегтя. Фр. 702135, 1930/1931, M. H. Lemaire.

Вертикальная реторта, сверху открытая. Она закрывается кожухом большего диаметра и высоты. Промежуток между кожухом и ретортой заполняется перерабатываемым же горючим, которое здесь сжигается, и газы проводятся, через реторту сверху вниз и выходят через центральную трубу, имеющую внутри реторты отверстия только в самом низу. Для отвода первичного дегтя внизу реторты, имеющей слегка наклонное к центру дно, имеется специальный отвод. Фр. 711741, 1931, M. H. Lemaire.

Кольцевое пространство, в котором сжигается топливо, заменено отдельной топкой. В связи с этим реторта сверху закрыта и греющий газ подводится в нее снизу. Фр. 42176, доп. к 711741, 1932/1933, M. H. Lemaire.

Подвижная установка для сухой перегонки дерева состоит из нескольких (10 и более) реторт с обогревом за счет сжигания части переугливаемой древесины, соединенных с общим воздушным холодильником, смолотделителем, аспиратором и сатуратором. В последнем поддерживается на кипу раствор щелочи или известковое молоко, вследствие чего получается концентрированный раствор ацетата. Продолжительность собственно карбонизации 5—4 и даже 3 часа. Реторты разжигаются с таким расчетом, чтобы получить газ постоянного состава. Ночью установка не работает (охлаждение угля). Фр. 714190, 1930/1931, E. A. Barbet et R. Malbay.

Костер для углежжения. Под костра выкладывается горизонтально уложенными поленьями, между которыми оставляются каналы; эти каналы у периферии сообщаются с вертикальными трубами, из которых одни — низкие — предназначены для питания костра воздухом, а другие, такой же высоты, как центральная труба, предназначены для отвода из костра газов. Г. 528038, 1928/1931, Alb. Magnein.

Продолжение следует

ИНФОРМАЦИЯ**Использование сульфитных щелоков для брикетирования и агломерации**

Из иностранной технической литературы и патентных данных видно, что сульфитные щелока, представляющие собой в настоящее время обременительный и вредный отход целлюлозно-бумажных предприятий, широко применяются в качестве связующего при агломерации и брикетировании руды, колошниковой пыли и топлива.

У нас в Союзе в этом направлении пока еще сделано очень мало, но и те небольшие работы, которые проводились, показали полную возможность применения сульфитных щелоков для этих целей.

На Харьковском тракторном заводе экстракт (концентрат) сульфитных щелоков с успехом применяется при брикетировании чугушной стружки. На опытном заводе НИУ в целях уменьшения потерь фосфорного ангидрида в процессе получения фосфора и фосфорной кислоты из фосфоритов доменным методом были поставлены небольшие опытные работы по брикетированию и агломерации колошниковой пыли, содержащей до 30% фосфорного ангидрида (P_2O_5).

Из краткого отчета об этой работе, составленного инж. Дютринесгаузером, видно, что из всех испытывавшихся связующих добавок сульфитный щелок дал наилучшие результаты.

Из остальных добавок наиболее подходящим оказался каменноугольный пек, но и он не выдерживает сравнения с сульфитными щелоками, так как для получения одних и тех же результатов его приходится добавлять вдвое больше, чем сульфитных щелоков (15% вместо 6—7%).

Опыты же по агломерации брикетов показали, что при температуре в 700—800° прочность брикетов на сульфитном щелоке значительно повышалась. Такое повышение прочности позволило подойти к простому спеканию колошниковой пыли без прессования и снизить содержание связующей добавки (сульфитного щелока) до 1—3%.

Учитывая результаты этих работ, а также и закончившуюся с положительным результатом исследовательскую работу по брикетированию угольной мелочи, Междудомственная комиссия по использованию сульфитных щелоков в текущем году ставит перед соответствующими организациями вопрос о необходимости дальнейших исследовательских работ в этом направлении и считает, что положительное техническое решение вопроса использования сульфитных щелоков для целей брикетирования и агломерации позволит использовать большие количества сульфитных щелоков.

ХРОНИКА

Фабрика «Калорит» комбината производственных предприятий Октябрьского райсовета вырабатывает антинакипин «Калорий» (средство по борьбе с накипью в паровых котлах) из сульфитцеллюлозного экстракта. Ежегодно фабрика перерабатывает около 300 т экстракта.

«Калорит» с успехом находит себе применение на заводах Москвы и области для котлов давлением до 12 ат.

Разработанный Центральной научно-исследовательской пожарной лабораторией НКВД способ изготовления из экстрактов сульфитных щелоков пенообразующего порошка, предназначенного для тушения горящих жидкостей (бензина, керосина, нефти и пр.), передан Главоргхимпрому для применения.

Центральный научно-исследовательский институт кожевенной промышленности в сентябре с. г. закончил с положительным результатом исследовательские работы по изготовлению дубильных экстрактов из сульфит-спиртовой барды.

Закончено проектирование опытного дрожжевого завода, рассчитанного на переработку половины всех сульфитных щелоков Кондровского целлюлозного завода.

В целях проверки результатов исследовательских работ, проведенных Харьковским институтом угля и Московским горным институтом, трест Углеобогатение приступил к проведению производственных опытов по брикетированию углей Брединского месторождения (Орско-Халиловский район).

Центральная лаборатория Харьковского тракторного завода разработала способ брикетирования чугушной стружки экстрактами сульфитных щелоков.

Научно-исследовательский институт пути НКПС разрабатывает способ предохранения деревянных конструкций от огня при помощи огнезащитных красок, приготовленных с применением сульфитного щелока.

Г. К.

СПРАВОЧНЫЙ ОТДЕЛ**Публикация о выдаче авторских свидетельств на изобретения**

за июль 1935 г.

43649 (12г, 11), Е. И. Сотников (147869 от 20 мая 1934 г.) — способ получения лимонной кислоты путем ображивания сахара, предварительно отобранными расами грибка *Aspergillus niger*, отличающийся тем, что отбор активных рас грибков производится путем выращивания их мицелия на ячменном сусле, из которого удалены белки и коллоидальные вещества нагреванием до 110°, после чего к ячменному суслу добавляют соли цинка и железа. Отобранные мицелии применяют для ображивания

вани сахара в лимонную кислоту в присутствии азотно-кислого магния.

43650 (12г, 2), Л. В. Филипович и С. С. Ермолова (157076 от 13 ноября 1934 г.) — способ экстрагирования уксусной кислоты при помощи пекового скипидара, отличающийся тем, что названный скипидар предварительно освобождают перегонкой от фракций, кипящих ниже 130—140°, и промывкой водой или водными растворами нейтральных солей от воднорастворимых соединений.

43651 (12г, 2), Г. П. Кривоухатский и А. А. Мухамедов (161316 от 21 января 1935 г.) — способ очистки подсмольной воды форэкстракцией перед извлечением уксусной кислоты, отличающийся тем, что в качестве форэкстрагента применяют фракцию легкого смоляного масла, кипящую в пределах 80—95°.

РЕДКОЛЛЕГИЯ

Уполном. Главлита № В—32014

Объем 2 бум. лист. Печатн. зп.

БЕЛАРУСКИ

ТЭХНАЛАГНАЧНИ ИНСТИТУТ

Техн. ред. П. Е. Свєтликін

бум л. 120 000 дано в набор 19 XI 1935 г. Подписано к печати 26 XI 1935 г. Тираж 2 500

8-я тип. „Мособлполиграф“, ул. Фридриха Энгельса, 46.

Издатель — ГОСЛФСТЕХИЗДАТ

Формат 62×94 4,8 авт. лист.

Подписано к печати 26 XI 1935 г. Тираж 2 500

Нар. 3473.

Цена 1 р. 25 н.

Рисунки для журналов
 ОТДЕЛ
 Цена 50
 № 331 1936 2



**ПОДПИСНЫЕ ЦЕНЫ НА ЖУРНАЛЫ ГОСЛЕСТЕХИЗДАТА
 на 1936 г.**

ИЗДАНИЕ		Г о д	
		Г о д	Полгода
Деревообработка	Все журналы ежемесячные	8—40	4—20
Лесоруб и сплавщик		7—20	3—60
Лесная индустрия		21—00	10—50
Механическая обработка древесины		15—00	7—50
Лесное хозяйство и лесозаготовка		21—00	10—50
Бумажная промышленность		18—00	8—00
Лесохимическая промышленность . .		15—00	7—50

ПОДПИСКА ПРИНИМАЕТСЯ:

ГОСЛЕСТЕХИЗДАТОМ, Москва, Рыбный пер., 3, комн. 64
 (телефон 2-69-27); общественными организаторами подписки
 на предприятиях и повсеместно Союзпечатью и на почте