

OBTENCION DE PRODUCTOS QUIMICOS  
DE ESPECIES FORESTALES  
DE LA PROVINCIA DEL NEUQUEN

1941  
XVIII

TREMENTINA SULFATADA

Secretario General del Consejo Federal de Inversiones

Ing. Juan José Ciáccera

Dirección Cooperación Técnica

Ing. Susana Blundi

Autor: T.T. Collins Jr.

Responsable Técnico: Ing. Jorge Baldoni

Traducción : Ing. Alicia Rodríguez  
Ing. Graciela Seigelchifer



TREMENTINA SULFATADA

T.T. COLLINS Jr.

Thilmany Pulp Peper Co.

Julio de 1945

Sulphite Turpentine (trementina sulfatada)

Cuando se examina el sub-producto trementina de la industria de celulosa, resulta imposible el obviar fácilmente el objeto de la trementina sulfatada especialmente porque aún resta llegar a una producción mayor y encontrarle un uso industrial en los EE.UU. En el pasado particularmente durante la Primera Guerra Mundial, se evidenció un considerable interés en este químico como fuente de tolueno para su uso en explosivos e incluso, su utilización fue llevado a cabo sobre una escala experimental. Sin embargo, en los últimos años, parecería que la investigación de la trementina sulfatada se hubiera retrasado, por ello esta retrospectiva se presenta con la inserción de servir a aquellos interesados en el tema para saber qué es lo que otros investigadores realizaron en el pasado. Las investigaciones más recientes sobre este tema fueron publicados por Austerweil, Weissner y otros.

Si bien Klason en el 1900 era quizás el primer investigador que señaló que la llamada trementina del abeto o trementina sulfatada y los químicos p-cimeno o cimol, son idénticos excepto por las impurezas del primero; los operadores de los molinos de pulpa sulfatada estaban indudablemente informados acerca del único líquido similar a la trementina que es condensado y que se separa de los gases del digestor. Austerweil, al revisar la química de la trementina sulfatada, señaló que el p-cimeno fue descubierto en 1839 por Dumas y Peligot quienes lo prepararon tratando al alcanfor con anhídrido fosfórico,

y luego se descubrió que era uno de los componentes de varios aceites esenciales, por ello su química fue investigada hasta cierto punto muchos años antes que se reconociera a la trementina sulfitada como una fuente potencial de este material. Años después del trabajo inicial de Klason, Kirchner había enumerado a la trementina sulfitada como uno de los sub-productos del proceso de pulpa sulfitada, para el cual no había usos importantes y en ese momento el autor no fue capaz de localizar que extraían el p-cimeno. Sin embargo, durante la Primera Guerra en Alemania se extrajo algo de p-cimeno. Walter señaló en 1941 que en Suiza la escasez de aceites y solventes en general y tolueno (producido del p-cimeno) en particular hizo de la extracción de trementina sulfatada una necesidad cuando en tiempos normales el precio de competencia hubiera hecho su producción antieconómica.

Peterson atribuyó esta falta de actividad en la recolección de trementina sulfitada al hecho que la extracción y recuperación hizo que su precio se elevara más que el del p-cimeno de otras fuentes. De acuerdo con Jalm y otros, el aceite ahora se extrae con cierto alcance en Suiza donde existe una escasez de ese producto.

## PRODUCCION

Probablemente una de las razones principales por las que la extracción de la trementina sulfatada no ha sido practicada con mayor alcance es la pequeña cantidad ordinariamente apta en los molinos individuales. Esto, junto con el bajo precio de la materia prima impura de este tipo para el cual existe poca demanda, junto con el precio de competencia de otros materiales de los cuales los mismos subproductos pueden ser hechos, resulta en la falta de incentivo para hacer un uso extensivo en la trementina sulfatada.

Schorger enumeró las maderas que pueden ser empleadas para

producir trementina sulfatada. Afirmó que el aceite se produce del piceas resinosas y bálsamo y que de las tsugas no se obtiene una cantidad apreciable. Indudablemente los pinos producen p-cimeno siempre que sean por el proceso de pulpeado sulfítico.

Una considerable porción del cimeno producido en el proceso de pulpa sulfitada no puede ser extraída con éxito.

Koenig afirmó que de 8 a 12 kg. de p-cimeno formado en la elaboración de una tonelada métrica de pulpa sulfitada sólo se obtiene 0,1 kg. con el auxilio del digestor. Sólo 0,2 kg. por tonelada son extraídos teóricamente de acuerdo con Lassenius.

Trubin descubrió que el 25 al 45% de la trementina de la madera, se pierde en el almacenamiento o en los chips antes de la cocción y una parte de ésta permanece con la celulosa después de ser lavada. Ortenblad señaló que la extracción depende de la variedad de maderas y de otras condiciones, habiendo una producción más alta del aceite en la madera verde que en la seca.

Cymene Yield	Calculated Yield lb./ton of pulp	Authority
0.6-1.0 gal./ton	2.6-7.2	Schorger (9)
0.1 kg./ton	0.2	Koenig (10)
2.4 kg./ton	4.0-8.0	Tumbin (12)
0.1 gal./ton	0.72	Ortenblad (13)
1-2.5 kg./ton	2-3	Bergstrom (14)
0.3 gal./ton	2.2	Obermanns (15)
1 gal./ton	7.2	Nickerson (16) and Anon. (17)
0.75 gal./ton	5.4	Anon. (18)
1 kg./ton	2.0	Aschan (19), Foulon (20), and Solodkii (21)
1.5-4 kg./ton	3-8	Ullman (22)
0.6 kg./ton	1.2	Kaminskii and Grebenev (23) and Kaminski and Khodakov (24)
0.2-0.3 kg./ton	0.4-0.6	Holtan (25)
0.3-0.4 kg./ton	0.6-0.8	Khodakov (26)
0.2 kg./ton	0.4	Lassenius (11)
0.4 kg./ton	0.8	Waller (5)
0.5-1.5%	10-30	Austerwed (1)

Los cuadros enumeran los distintos rendimientos de la trementina sulfitada obtenida a partir de varios orígenes. Se determinó que principalmente provienen de la pulpa de abeto, ya que no se hizo diferenciación e indudablemente los rendimientos más altos provienen de la madera verde. Cuando el rendimiento se da en kilogramos, la unidad de producción es una tonelada métrica de la celulosa producida.

Los rendimientos calculados sobre la base de libras por tonelada de 2.000 libras, se basan en un peso específico de 0,86 para la trementina sulfitada.

El rendimiento del p-cimeno varía considerablemente de acuerdo con diversos factores. Debido a las amplias diferencias en estas formas, las cuales fueron analizadas en distintos artículos, resultaría difícil el estimar la posible producción mundial de trementina sulfitada. Sin embargo, un rendimiento de una libra por tonelada de pulpa basado en la producción mundial de aproximadamente 8.000.000 toneladas de pulpa sulfitada en 1937 comprendería solamente 22.000 barriles de 50 galones c/u.

Wallin estudió los aspectos económicos de la extracción de trementina sulfitada, junto con otros subproductos del proceso de sulfitado.

Otra fuente determinó que el costo de un aparato de extracción completa para trementina sulfitada estaba entre \$ 100 y \$ 200 en 1918.

#### RECOLECCION

La trementina sulfitada se produce durante la cocción de la madera y está presente en los vapores del digestor. Condensa y acumula como capa de aceite sobre el licor en el colector

ácido, del cual el ácido pasa ya que en la mayoría de los casos el licor auxiliar es agregado al licor fresco para la próxima cocción y cualquier dióxido sulfitado apto pasa a través del sistema de producción de licor. Berstroem afirmó que la porción acuosa del condensado auxiliar digester contiene metil alcohol, acetona, aldehídos y vestigios de ácidos acético y fórmico.

Este mismo autor después descubrió que los vapores auxiliares condensados del digester sulfitado contienen ácido sulfuroso, alcohol metílico, cimeno, furfural y un alcohol terpeno sólido. De acuerdo con Foulon, los gases no condensables son el dióxido de carbono, el dióxido sulfuroso, y el nitrógeno.

Koch citó la presencia de una pequeña cantidad de furfural en los gases digestores.

Se ha puesto mucho énfasis en el deseo de extraer el cimeno formado durante el pulpeo sulfitado, de forma tal que la contaminación en la pulpa se mantiene en un mínimo.

Bergstroem señaló que la calidad de la celulosa puede ser mejorada extrayendo la trementina sulfitada del vapor auxiliar antes de emplearlo nuevamente en la cocción. De acuerdo con Kaminskii y Khodakov, cualquier cimeno que se deja en la pulpa disuelve las resinas y produce la masa llamada "brea", que causa serios problemas en la máquina de hacer papel. Felton sugirió que el cimeno sea extraído como vapor de la pulpa tan rápido como fuera posible para prevenir una pulpa de calidad más baja mientras que otras fuentes afirmaron que el cimeno es parcialmente responsable por las dificultades del "brea" en la pulpa. Nickerson realizó una cocción en presencia de trementina sulfitada agregada y descubrió que resultaba una

pulpa muy alquitranada. También descubrió que la pulpa es más fácil de blanquear cuando se extrae la trementina sulfitada. Kock patentó un método para la extracción de cimeno y furfural de los vapores auxiliares, porque descubrió que los ácidos orgánicos formados a partir de ellos eran un determinante en el proceso de cocción.

Evidentemente muchos intentos para extraer la trementina sulfitada sobre una escala comercial fueron hechos como un número de sistemas de recolección, descritos por varios investigadores. En su patente para la elaboración de azúcar por hidrólisis de madera de conífera con ácido sulfúrico, Tomlinson descubrió un aparato para recolectar el subproducto cimeno que consiste en un condensador y en un separador de trementina-agua simple. Enger extrajo cimeno de los gases auxiliares y licor, pasándolos a los tanques separadores conectados a la base; de tal forma que el aceite fue encerrado en el licor estanco por encima de la boca de salida y de entrada de cada tanque.

Obermanns, Fletcher y otros ilustraron y discutieron que el sistema de recolección del cimeno empleado por el molino de pulpa de la fábrica Hammer Paper Company. Esta distribución de aparatos se ajusta a los molinos donde el relief del digestor está separado en "relief" líquido y gaseoso, de tal forma que sólo el gaseoso necesita ser tratado para extraer cimeno. El gas de relief fue pasado a través del condensador y los gases condensados pasan a la torre de recuperación mientras que el condensado entra en el tanque separador.

Debido a la corrosión ácida, el equipo se construyó de plomo endurecido.

Nickerson quien también descubrió diversas instalaciones de trementina sulfitada, descubrió que la mayoría del aceite se

extrae del digestor durante las tres primeras horas del ciclo de cocción. Algunos datos fueron dados por el mismo investigador concerniente a la cantidad de cimeno formado durante diferentes intervalos de tiempo en el proceso de cocción.

Corcorán, patentó un diseño para un tanque de recuperación para la trementina sulfitada, en la cual el ácido relief puede ser mezclado con licor de cocción fresco. Felton descubrió a la condensación de trementina sulfatada en una cañería espiralada de plomo y su separación del condensado acuoso en un tanque de almacenamiento.

Orttenblad discutió sobre un aparato usado en Europa para la extracción de cimeno. Los vapores "relief" tomados desde el extremo del digestor son absorbidos en "cisternas-ácido" construidas con una entrada cónica y cuando el relieving se detiene, el cimeno flota sobre el ácido. Cuando se llenó el tanque con ácido (puro), el nivel del licor fue elevado hasta el tope del tanque y el cimeno fue forzado a través de una cañería en el extremo del cono, dentro del tanque separador donde el ácido atrapado fue drenado. Algo similar a esto fue patentado en este país por Akerbloom para una separación más exacta de la capa de trementina del ácido.

Khodakov descubrió un procedimiento para la extracción de trementina sulfitada, que es empleada en las plantas de celulosa de Finnish. Kaminiskii y Grebenex revelaron muchas de las desventajas del separador de cimeno de Khodakov. Descubrieron que el rendimiento de la trementina sulfitada con este aparato puede ser aumentado si la temperatura del recolector para los gases relief es suficiente alta (90°C) y se otorga un tiempo suficiente para la separación del condensado en el ácido y las capas de trementina. Schmidt y Kahle afirmaron que



los gases y el condensado no deben ser enfriados por debajo de los 30°C a fin de obtener una separación más tajante de ambas capas. Holtan introdujo un método para obtener cimeno continuamente del tanque ácido.

De acuerdo con un grupo de patentes, los gases de desecho de los digestores de celulosa pueden ser enfriados por etapas para dar agua, agua-aceite, emulsión y aceite permitiendo que el dióxido de azufre vaya al sistema ácido crudo. En una patente perteneciente a Edling, los gases no condensables y el cimeno son extraídos del condensado acuoso por medio de un aparato diseñado especialmente y el licor regresa al sistema.

Otro método único para la recolección del cimeno consiste en el uso de unidades de precipitación eléctrica Cottrell-Moeller para liberar a los gases relief del digestor, de los componentes orgánicos. Se dijo que cuando dos de las unidades de precipitación son usadas en series a diferentes temperaturas, resulta posible el recolectar el cimeno en uno, y furfural en la otra.

Esto lleva al dióxido de azufre a una forma apta para elaborar ácido fresco.

Una de las más modernas plantas de trementina sulfitada fue descrita por Waller, instalada en la fábrica Skoghalls, en Suecia. El autor señaló que cuando el colector de ácido no está bajo presión resulta fácil extraer la capa de aceite pero cuando está bajo presión, como se utilizan las plantas con digestor caliente, esta separación se complica y el aparato que él diseñó pareció resolver este problema.

### COMPOSICION DE LA TREMENTINA SULFITADA

El p-cimeno que se produce en el proceso de sulfitación no es puro y está contaminado con otros materiales que son solubles en él, si bien algunos están hasta cierto punto limitados. Una porción considerable de otros materiales volátiles producidos durante el proceso de cocción son extraídos con la porción acuosa del condensado de gas relief.

Bergstroem y Bogert y Tuttle mostraron que el crudo separado, trementina sulfitada en sí misma es una mezcla compleja. Bergstroem destiló fraccionadamente el aceite crudo entre los límites de 150-270°C para obtener una fracción del 7% en los 150-160°C nivel del punto de ebullición el cual es idéntico a la fracción de 149°C de trementina sulfatada. No contiene terpeno y es probablemente un compuesto oxigenado. La fracción principal en el nivel 160-190°C, que representa el 55%, se encontró que consistía principalmente en p-cimeno y la fracción 190-210°C llegó al 17% del aceite. Una fracción final del destilado en el nivel 205-250°C también se produjo. Después que su muestra de aceite fue cuidadosamente purificada, Bogert y Tuttle no pudieron obtener un punto de ebullición constante, densidad, o índice refractivo para la fracción de p-cimeno.

Solodkii informó que la materia prima contiene un 3% de material que no es volátil con vapor y si es oxidado con permanganato de potasio, el 12-17% se hace no volátil cuando la trementina es destilado a vapor.

Esta porción oxidable no contiene ácidos libres o esteres complejos y el balance (82-87%) de trementina sulfitada es p-cimeno.

Otras fuentes informaron sobre varias cantidades de p-cimeno

en la trementina sulfitada. Nickerson, Waller y Kertesz mencionaron 80% de cimeno y Halse y Samuelson junto con otra fuente afirmó que la trementina sulfitada tiene un 90% de p-cimeno.

Una curva de destilación característica para la trementina sulfitada fue establecida por Halse y Samuelson.

Un análisis de alguna de las fracciones de ebullición alta, de aceite de trementina sulfitada cruda fue hecho por Tutihasi y Hanazawa. Wise y Kertesz, afirmaron que el dipenteno está presente en la trementina sulfitada mientras otros descubrieron terpenos como componentes del aceite. Boedtker citó a los terpenos mientras que otra fuente dijo que sólo trazos de terpenos existían en este material. Solodkii, descubrió que el aceite crudo contenía un 11,5% en alcoholes de terpeno y Bergstroem, notó la existencia de varios alcoholes de terpeno en la mezcal. Bergstroem descubrió un sesquiterpeno en la fracción de aceite que destilaba por encima de 250°C y Wise y Kertesz mencionaron su presencia en el aceite crudo. Estos últimos hablaron de la posibilidad de existencia de los politerpenos en la trementina sulfitada.

Klason y Segerfelt y otros, encontraron borneol en los licores de desechos sulfitados en fracciones de alto punto de ebullición. Bergstroem descubrió que la fracción destilada entre los 205°-250°C, solidifica en el condensador como cristales de borneol. El borneol en la trementina sulfitada, también fue mencionado por Wise, Wheeler y Harris, el último descubrió que alcanzaba alrededor del 2% del aceite. Holmberg y Sunesson trató la química de algunos de los derivados e isómeros del borneol producido en la pulpa sulfitada.

La presencia de borneol fue notada por Baroni.

Algunos de los investigadores descubrieron que existe un residuo en la destilación fraccionada de trementina. Koenig dijo

que el residuo como resina amarronada, 25,9% del cimeno crudo, mientras que otra fuente tomó residuo de la primer destilación hasta una cantidad de 8%.

La presencia de resinas, ácidos grasos y furfural, como impurezas en la trementina sulfitada fue señalado por Boedtker.

Probablemente la impureza más importante que se encuentra absorbida en la trementina sulfitada, que debe ser extraída antes de ser puesta en uso, es el dióxido de azufre. La importancia de una extracción completa o neutralización de este componente indeseable fue enfatizado por Anger, Obermanns, Nickerson, Koenig, Waller y otros. El hecho que este componente "indeseable" esté presente hace necesaria la purificación de la trementina sulfitada para cualquier uso industrial.

#### PURIFICACION

Una considerable cantidad de trabajo fue realizado en el campo de la purificación de la trementina sulfitada. Boedcker dio métodos de extracción de terpenos resinas, ácidos grasos y furfuraldehído pero la mayoría de la literatura se refiere a el dióxido de azufre disuelto y las fracciones de aceite que hierven por encima y por debajo del rango de ebullición de p-cimeno, y la oxidación de cualquier otra impureza.

Generalmente, los métodos de purificación empleados por los diferentes investigadores comprendían varios pasos, y especialmente es cierto cuando el aceite es refinado para estudios técnicos. Sin embargo, los pasos o tratamientos que han sido usados están enumerados y la secuencia de sus aplicaciones pueden ser destacadas en la Tabla 2.

Los números representan el orden en el cual las operaciones se llevan a cabo.

Cuando el mismo número es dado dos veces, esto significa que los pasos fueron alternados.

Uno de los estudios más esclarecedores sobre la purificación de la trementina sulfitada fue realizado por Wheeler. Su método y comentarios se destacan como los siguientes:

- 1) Separación del dióxido de azufre por:
  - a. Extracción con agua (rápido y lento)
  - b. Ebullición de la trementina s(a veces se producen explosiones)
  - c. Agitación con hidróxido de sodio diluído (se extrae el dióxido de azufre, pero da un precipitado que es difícil de manejar)
  - d. Agitación con cal (esto también produce un precipitado problemático)
  - e. Arroñando aire caliente a la trementina
  - f. Inyección de aire a temperatura ambiente en la trementina (la pérdida de cimeno es sólo del 5% por este procedimiento y este método fue preferido).
- 2) Destilar la trementina con vapor sobrecalentado, pasando los vapores a través del 30% de hidróxido de sodio y luego se condensa.
- 3) Otros pasos en la purificación:
  - a. Agitación del diluído con solución plumbato de sodio.
  - b. Agitación del destilado con 0,5% permanganato de potasio.
  - c. Hierve el destilado en una corriente de hidrógeno con cloruro de cobre distribuido sobre piedra pomez.

- d. Hervir el aceite con sodio metálico.
  - e. Sacudir el aceite con ácido sulfúrico concentrado sulfonata el aceite).
- 4) Sacudir el aceite con 5% de hidróxido de sodio y destilar sobre sodio metálico.

La importancia de eliminar la acción corrosiva del dióxido de azufre disuelto en la trementina sulfitada tratándola con cal fue observado por Obermanns, Nickerson, Groggins, Phillips y Gibbs, y otros. Es particularmente necesario cuando el aceite debe ser almacenado o envasado en tanques o tambores de metal. Uno de estos, Nickerson, sugirió el uso de 3 libras de cal por cada 50 galones de trementina para neutralización.

El rompimiento de una emulsión de trementina en agua fue estudiado por Kubler y Niethammer, quien separó el aceite emulsionado de la porción acuosa del condensado por el uso al vacío. La separación del cimeno de la emulsión de agua que filtra el condensado a través de trampas o arena fue recomendado por Tumbin. Waller descubrió que el tratamiento alikali produce una emulsión de aceite en agua que es difícil de romper.

Mann, Montonna y Larian descubrió un paso en el procedimiento de Wheeler; soplando aire en la trementina sulfitada para extraer el dióxido de azufre, porque es muy consumidor del tiempo. Estos mismos autores señalaron que los componentes objetables; malolientes y corrosivos de la trementina sulfitada hervien por debajo de 173°C, por ello pueden ser extraídos por fraccionamiento simple. También usaron un lavado al 30% de hidróxido de sodio.

En un estudio especial de TAPPI se dijo que la trementina sulfitada debía ser destilada al vapor y el primer 15% debía ser

desechada porque contenía en su mayoría dióxido de azufre. La capa de cimeno debe ser separada del condensado acuoso y pasado por cloruro de calcio hidratado para extraer el agua.

Un tratamiento especial de cloruro de calcio secando el aparato fue descripta pro la misma fuente.

El método de purificación patentado pro una firma alemana consistía en un tratamiento de trementina sulfitada con ácido clorhídrico gaseoso seguido por destilación a vapor. Con este método, se pretendía que las impurezas no se destruyeran pero tratado como subproducto.

El rendimiento de p-cimeno fue del 77% de la trementina cruda cuando es purificada por este método.

Phillips descubrió que el método de Schorger de purificación de la trementina sulfitada con treinta lavadas sucesivas con porciones frescas de ácido sulfúrico concentrado no limpiaban el aceite hasta el punto donde no se producía coloración amarilla. Sin embargo, Wheeler y Smithy purificaron el cimeno con ácido sulfúrico para eliminar el color amarillo que la trementina sulfitada adquiría en el proceso. Kobe y Vittone trataron el aceite crudo con ácido sulfúrico concentrado hasta que la capa ácida no era ya más coloreada.

Wheeler usó cáustica para decolorizar el aceite. Destiló al vapor la trementina cruda con calor, 10% de solución hidróxido de sodio luego la condensó.

Algunos investigadores usaron la destilación fraccional al vacío en sus procedimientos de purificación. Esto fue mencionado, en conexión con otros tratamienots, por Koenig, Bogert y Tuttle,

Mann, Montonna, y Larian, Karvonen y otros.

Waller descubrió que es difícil el extraer todo el dióxido de azufre disuelto en trementina sulfitada pro lavado con agua si el agua está fría.

Un costo total de \$ 0,10 por galón para purificación de trementina sulfitada fue dado en 1927 por Groggins. El método de tratamiento en el que se basaron sus cálculos consistieron en un tratamiento cáustico y una destilación fraccional.

Las ventajas económicas y técnicas de purificación de la trementina sulfitada producida dentro de una cierta sección en una planta central fue discutida por Wallin, Groggins y otros.

Debido al poco rendimiento de este material que puede obtenerse en un solo molino, no resulta económicamente apto para plantas individuales que procesan el subproducto de la trementina.

TABLE 2

USED BY	TREATMENTS											Alkali Used	K	L
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J				
Klason (3)	..	2	3	..	..	..	..	..	1	NaOH	..	..	..	
Koenig (10)	..	2	2	..	..	..	..	..	1	NaHCO <sub>3</sub>	..	..	..	
Tumbin (12)	..	..	..	..	..	..	..	..	1	Lime	..	..	..	
Ortenblad (13)	..	..	..	..	..	..	..	..	1	Lime	..	..	..	
Obermanns (15)	..	..	..	..	..	..	1	..	1	Lime	..	..	..	
Nickerson (16)	1	2	..	..	..	..	..	..	1	Lime	..	..	3	
Solodkii (21)	..	2	..	..	1	..	..	..	..	..	..	..	..	
Holtan (25)	..	1	..	..	..	..	..	..	2	..	..	..	3	
Feiton (31)	..	1, 3	..	..	..	2	..	..	4	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	..	..	
TAPPI (33)	..	2	..	..	..	..	..	..	1	Lime	..	..	3	
Enger (35)	3	2	..	..	..	..	..	..	1	..	..	..	..	
Bogert and Tuttle (45)	1, 3	..	2, 4	2	..	..	..	..	..	..	..	..	..	
Bergstrom (52)	1, 3	..	..	..	..	..	..	..	2	..	..	..	..	
Mann, Montonna, and Larian (60)	..	4	..	2	..	1	..	..	3	NaOH	..	..	..	
Metall. Akt.-Ges. (61)	..	2	..	..	..	..	..	..	1	..	..	..	..	
Groggins (62)	2	..	..	..	..	..	..	..	1	NaOH	..	..	..	
Kubler and Niehammer (63)	..	1	..	..	..	..	..	..	..	..	..	2	..	
Karvonen (64)	4, 5	..	6	..	..	1	..	..	1	NaOH	..	..	3	
Phillips (65)	..	1	8	..	..	..	..	..	2	NaOH	3	..	4	
Phillips and Gibbs (66)	..	2	6	..	..	3	..	..	1	Lime	4	..	1	
Schorger (67)	2	..	1	..	1	3	..	..	..	..	4	..	..	
Wheeler (68)	B	1	7	..	3	4	..	..	1	NaOH	5	..	5	
Kobe and Vittone (69)	6	..	8	..	..	1	..	..	..	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	3	..	4	
Austerweil and Lemay (70)	..	..	2	..	..	1	..	..	..	..	..	..	..	
Waller (5)	..	..	..	..	..	..	..	..	2	NaOH	1	..	..	

- A. Fractional distillation
- B. Steam distillation
- C. Treatment with or distillation from over metallic sodium
- D. Treatment with phosphorous pentoxide
- E. Oxidation with potassium permanganate
- F. Oxidation with sulphuric acid
- G. Oxidation with air
- H. Treatment with hydrochloric acid
- I. Neutralization with alkalis
- J. Washing with water
- K. Breaking the emulsion of water and cymene
- L. Drying with calcium chloride