

NORGE



STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN

Utlegningskrift nr. 122238

Int. Cl. B 01 d 3/28 Kl. 12a-5

Patentsøknad nr. 151.379 Inngitt 23.XII 1963

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 7.VI 1971

Prioritet begjært fra: 26.XII-62 USA,
nr. 248830

SPENCE & GREEN CHEMICAL CO.,
Houston, Tex., USA.

Oppfinner: Andrew Spence,
P.O. Box 281, Crosby, Tex., USA.

Fullmektig: Dr. ing. K. O. Berg.

Fremgangsmåte og apparat for fraksjonering av en væskeformet
blanding av organiske stoffer.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en forbedret fremgangsmåte og apparat for destillasjon og rektifikasjon av høytkokende og varmfølsomt materiale og i særdeleshet en fremgangsmåte og et apparat for fraksjonert destillasjon av slikt materiale på sådan måte at enhver termisk spaltning, polymerisasjon av, eller annen vesentlig termisk skade på de erholdte destillater eller rester forhindres.

Spesielt vedrører nærværende oppfinnelse en forbedret fremgangsmåte og et apparat for fremstilling av kolofonium fra rå tallolje, slik at kolofoniumet i det vesentlige blir fri for fettsyrer og uforsåpbare forbindelser, og mens fettsyrer i hoved-

122238

2

saken blir frie for kolofonium og ikke forsåpbare forbindelser. Oppfinnelsen vedrører også en bedre fremgangsmåte og et apparat for fremstilling av en palmitinsyrefraksjon fra rå bomullsfrøfettsyrer, hvilken fraksjon i det vesentlige mangler olefiniske fettsyrer og uforsåpbart materiale og en olefinisk fettsyrefraksjon, som hovedsaklig mangler palmitinsyre og uforsåpbare bestanddeler. Den vedrører også et apparat som særlig er bestemt for anvendelse under høyt vakuum for rektifisering av fettsyreholdig materiale for fremstilling av fettsyrer, som i det vesentlige er frie fra uforsåpbare materialer, og en i det vesentlige ikke polymerisert restfraksjon.

For å vise anvendeligheten av og fordelene med den fremgangsmåte og det apparat som nærværende oppfinnelse vedrører, behandles nedenfor fremgangsmåtene for fremstilling av kolofonium og fettsyrer fra rå tallolje og oppfinnelsens fordeler overfor tidligere metoder. Denne behandling gis i opplysende hensikt og fagmannen vil lett innse at de samme fordeler kan overføres til rektifikasjon av andre fettsyreholdige materialer og fraksjonert destillasjon av andre varmekfølsomme og høytkokende materialer.

Tallolje i så form har en begrenset anvendelighet. Avhengig av sin opprinnelse inneholder talloljen 35-65% harpikssyrer, 25-60% fettsyrer og 3-30% uforsåpbare forbindelser. Ved en fremgangsmåte for syreraffinering kan en del av de uforsåpbare forbindelser fjernes og gjenvunnet fraksjons farve og lukt i høy grad forbedres, hvilket som resultat gir et mere verdifullt produkt, som i alminnelighet markedsføres som raffinert tallolje. I de siste år har imidlertid den hovedsakelige industrielle interesse for tallolje vært dens verdi som råmateriale for fremstilling av kolofonium og fettsyrer. Fraksjonert destillasjon anvendes nesten generelt kommersielt for å skille tallolje i dens enkelte komponenter. Fordi materialet er følsomt for varme må det destilleres ved temperatur langt under sitt kokepunkt ved atmosfæretrykk. Kommersielt anvendes derfor i alminnelighet undertrykksdestillasjon. Da de enkelte komponenters kokepunkter er nærliggende kreves imidlertid høye med flere bun-

ner forsynte (eller likeverdige), konvensjonelle rektifikasjonskolonner for utførelse av adskillelsen. Slike kolonner har i drift et trykkfall fra bunnen til toppen tilsvarende 40 eller 50 mm Hg, slik at trykket ved bunnen av kolonnen og i destillasjonskolben eller kokeren kommer til å være 40 eller 50 mm Hg, selv om et meget høyt vakuum opprettholdes ved kolonnens topp, (f.eks. et absolutt trykk på 1 mm Hg). I den hensikt å unngå en resulterende kokepunktsforhøyelse praktiseres det vanligvis å innmate vanndamp i kolben, hvilket frembringer den nødvendige senkning av talloljekomponentenes kokepunkter etter loven om partialtrykk, idet det stadig mates inn 0,4-2 kg vanndamp for hver kg tilført tallolje. Denne tilsetning av vanndamp øker i høy grad omkostningene ved apparatet og dets drift, f.eks. er den for fordampning av 0,454 kg fettsyre nødvendige varme ca. 30 kcal, mens derimot fordampningen av vann krever ca. 250 kcal/0,454 kg. Således øker tilsetningen av vanndamp varmebehovet for destillasjon 3-15 ganger. Videre må den inn-sprutede vanndamp tas hånd om i det vakuumfrembringende system, hvorved dettes størrelse og driftsomkostninger øker i sterk grad. Med hensyn til destillasjonsapparatets størrelse og pris er reguleringsfaktoren mer destillasjonsdampvolumet enn vekten, og jo større dette volum blir desto større må destillasjonsapparatet være. Volumet av 1 kg vanndamp er ca. 15 ganger volumet av 1 kg fettsyre eller kolofoniumdamp ved ethvert gitt trykk. Det fremgår således at tilsetningen av vanndamp i høy grad øker dampvolumet og følgelig apparatets størrelse og pris. Alt ettersom størrelsen og den innviklede beskaffenhet for et system under vakuum tiltar, blir det mer og mer vanskelig å oppføre og opprettholde et slikt system. Det inses således, at en fremgangsmåte for vannfri rektifikasjon har store potensielle fordeler. Tidligere har imidlertid forsøk med vakuumrektifikasjon av tallolje i vannfri tilstand ikke vært særlig heldige eller kommersielt tiltalende. På grunn av vanskeligheten med å skille komponentene kreves konvensjonelle rektifikasjonskolonner av slik høyde at trykkfallet gjennom kolonnen utelukker at det opprettholdes tilstrekkelig vakuum i hele systemet til å frembringe den nødvendige kokepunktsreduksjon. Tidligere har forsøk på å unngå denne vanskelighet ført til innviklet og lite håndterbar apparatur med

kolossale investeringsomkostninger. Et enkelt, kompakt apparat som er relativt billig å oppføre, som er smidig i drift og lett å vedlikeholde og allikevel i stand til fraksjonelt å destillere tallolje i vannfri tilstand slik at det oppnåes en i det vesentlige fullstendig adskillelse av fettsyrene, harpikssyrene og de uforsåpbare bestanddeler, skulle være meget fordelaktig for industrien, og et slikt apparat er i aller høyeste grad ønskelig.

Foreliggende oppfinnelse tilsikter generelt å fremskaffe en enkelt fremgangsmåte og et relativt billig, kompakt apparat, som er smidig og enkelt å passe og lett å vedlikeholde, idet dette apparat har et meget lavt trykkfall mellom to hvilke som helst punkter innen apparatet, slik at maksimaltrykket i hvert for høye temperaturer utsatt område kan opprettholdes ved like stor verdi som er av størrelsesordenen 5 mm Hg eller derunder, idet dette apparat også har tilstrekkelige varmeutvekslingsflater som er anordnet på slik måte at det frembringes tilstrekkelig suksessiv eller alternerende fordampning og kondensasjon for å muliggjøre den her beskrevne fremgangsmåte, og ved hjelp av hvilke man kan oppnå den grad av fraksjonering og rektifisering som er nødvendig for hver ønsket grad av adskillelse av to fraksjoner med nærliggende kokepunkter, f.eks. harpikssyrekomponenten og fettsyrekomponenten i tallolje.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe et kontinuerlig kolbedestilleringsapparat, i hvilket væsken i kolben, når en binær eller polynær blanding destillerer, aldri når en enhetlig likevektssammensetning slik som i vanlige eller konvensjonelle kolbedestilleringsapparater. Ifølge nærværende oppfinnelse er kolben et langstrakt, i det vesentlige horisontalt kar, i hvilket det finner sted liten eller ingen oppblanding av kolbens væske i karetts lengderetning. D.v.s. under apparatets drift kommer sammensetningen for kolbens væske til å variere fra det horisontale, langstrakte kars ene ende til den annen avhengig av den differensialdestillasjon som opptrer, når den gjenstående væske bringes til å ströme fra punktet for innströmming til punktet for utströmming. Den gjenstående væskes sammensetning ved hvert punkt er en funksjon av den tilvekst av væsken som fordampes pr. lengdeenhet av det horisontale langstrakte destillasjonskar, og

kan bestemmes av de isolerbariske væske-dampsammensetningskurver som kan oppnåes fra Raouls lov. Ved planlegging og drift kan den gjenværende væskes sammensetning ved punktet for utstrømning fra karet bringes til å variere over et visst område uavhengig av destillatdampenes kombinerte sammensetning og uavhengig av forholdet mellom mengden destillat og mengden uttatt rest. Mens derimot hittil ved kontinuerlige destillasjonsapparater og fremgangsmåter oppnår all væsken i kolben eller kokeren uunngåelig en enhetlig, konstant sammensetning under likevektsforhold og er i hovedsaken i likevekt med den damp som forlater flaten, og følgelig har den uttatte rest samme sammensetning som resten i kolben, og dens sammensetning står i direkteforhold til destillatdampenes ifølge Raoult's lov.

Oppfinnelsen tilsikter videre å fremskaffe et kontinuerlig kolbedestillasjonsapparat som består av en langstrakt, i hovedsaken horisontal varmeutveksler og et damprom som er omsluttet av en med den horisontale varmeutveksler forbundet langstrakt mantel, idet mantelen gir kondensflater for de damper som stiger opp fra den langstrakte horisontale varmeutveksler. Under apparatets drift kommer dampenes sammensetninger til å variere fra det horisontale, langstrakte kars ene ende til den annen, kontinuerlig differensial kondensasjon frembringes ettersom dampene partielt kondenseres, og den kondenserte andel vender tilbake til den med plan bunn forsynte varmeutveksler for ytterligere differensial fordampning, hvorved den ønskede rektifikasjonsgrad oppnåes ved kontinuerlig gjentakelse av fordampning og kondensering.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe et apparat i hvilket rektifikasjon utføres ved samtidig kontinuerlig differensial destillasjon og differensial kondensasjon uten fyllegemer eller klokke i damprommet, og som således frembringer adskillelse av de komponentflyktige forbindelser til ønsket renhetsgrad med megen liten trykkdifferanse i apparatet.

Oppfinnelsen tilsikter videre å frembringe et apparat i hvilket den høyere kokende komponent til slutt renses til ønsket renhet i en langstrakt, med planbunn forsynt, differensial fordamper-

kondensator, hvorved den som en væske uttatte höytkokende komponent og den höytkokende komponents renhet varieres etter ønske, ettersom den uttatte væske aldri er i likevekt med de kombinerte damper, hvorfor dens sammensetning er uavhengig av dampene over den og mengden væske til mengden damper, hvilket muliggjør en høyere renhet hos den höytkokende komponent enn hva som tidligere var mulig.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe en hovedsakelig horisontal, med plan bunn forsynt, kontinuerlig, differensial fordamper med øvre flater som frembringer kontinuerlig, differensial kondensasjon, med damputtak for den rektifiserte, lavtkokende dampfraksjon og den rektifiserte, höytkokende dampfraksjon og restutløp for den ikke-flyktige rest.

Oppfinnelsen tilsikter dessuten å frembringe en langstrakt, horisontal, med plan bunn forsynt, kontinuerlig, differensial fordamper og differensial kondensator, som kan anvendes med en eller flere med liten fylling forsynte kolonner, med glassperler forsynte kolonner eller kondensatorer med fallende film, idet trykkfallet gjennom apparatet er slik at koketemperaturen er lavere enn blandingens spaltningsstemperatur.

Oppfinnelsen tilsikter videre å frembringe et apparat med to soner, hvor den ene sone frembringer adskillelse av fraksjonene ved rektifikasjon, den annen sone avslutter adskillelsen ved enkel eller differensial destillasjon. Sonen 1 er en kort rektifikasjonssone, fortrinnsvis av den med fylling forsynte type, for at det skal foreligge et minimalt trykkfall i denne. Sonen 2 kan være en med plan bunn forsynt varmeutveksler, på hvilken materialet føres som en film og renses ved enkel destillasjon eller differensial destillasjon. Sonen 1 og sonen 2 står i et visst forhold til hverandre, d.v.s. at sonens 2 konstruksjon bestemmes av den rektifikasjonsgrad som oppnåes i sonen 1.

Foreliggende oppfinnelse tilsikter også å frembringe et apparat som er et kontinuerlig kolbedestillasjonsapparat med et rektifikasjonstårn for sin øvre seksjon, fortrinnsvis av den med

fylling forsynte type, for rektifisering av den lavere kokende fraksjon til ønsket renhetsgrad og med en horisontal, med plan bunn forsynt varmeutveksler for sin nedre seksjon eller kolbe og som ved differensial destillasjon av en film av den fra den øvre seksjon avgitte høyere kokende fraksjon renser den høyere kokende fraksjon til ønsket renhetsgrad.

Oppfinnelsen vedrører dessuten et apparat som består av flere kontinuerlige kolbedestilleringsapparater. Antallet destilleringsapparater er en funksjon av den lavere kokende fraksjons ønskede renhet og det ønskede trykk som skal holdes i kolben eller de horisontale seksjoner av apparatet.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe et apparat i hvilket det tilmattete materiale, som skal fraksjoneres, først avdrives de ønskede flyktige komponenter på en med plan bunn forsynt, horisontal varmeutveksler under høyt vakuum med meget kort oppholdstid for restfraksjonen i varmeutveksleren, av størrelsesordenen 3 minutter, slik at en minimal polymerisasjon av eller en minimal, termisk skade på restfraksjonen opptrer.

Oppfinnelsen tilsikter også at ved avdrivning å gjøre den rå tallolje mere fri for dens fettsyrer og dens harpikssyrer enn hva hittil har vært vanlig og fremstille et restmateriale som i hovedsaken er fritt for kolofonium, fettsyrer og polymerisert materiale, slik at ytterligere adskillelse av resten i verdifulle forbindelser ikke kompliseres av nærværet av betydelige mengder fettsyrer, kolofonium og polymerisert materiale.

Oppfinnelsen tilsikter videre å frembringe et apparat i hvilket etter avdrivning av kolofonium, fettsyrer og noen uforsåpbare forbindelser i dampform fra den rå tallolje, sendes dampene inn i en rektifikasjonssone hvor de lavere kokende, uforsåpbare forbindelser som har farve og lukt fjernes som destillat og returstrømmen sendes gjennom en rektifikasjonssone på en horisontal, med plan bunn forsynt varmeutveksler, hvor den differensialt destilleres og en liten, med farve forsynt kolofoniumfraksjon fjernes. Hovedandelen av produktet kondenserer straks under den lavere kokende med farve forsynte fraksjon.

Oppfinnelsen vedrører videre å fremskaffe et apparat i hvilket den lavere kokende med farve og lukt forsynte fraksjon og den høyere kokende, med farve forsynte fraksjon og resten av rå tallolje fjernes, innen fettsyre-kolofoniumblandingen sendes til seksjonene for endelig rektifikasjon og differensial destillasjon for adskillelse til fettsyrer med ønsket renhetsgrad og til harpikssyrer med ønsket renhetsgrad og med en ønsket grad av lys farve. F.eks. er det vanlig ved kommersiell drift å redestillere fettsyrefraksjonen for at det skal oppnåes et produkt med stor farvelyshet og høyt syretall, som er et mål for dets renhet, idet kolofoniumets redestillasjon for fjerning av med farve forsynt fraksjon og økning av dets renhet ikke er en rasjonell fremgangsmåte. Apparatet og fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen fjerner de lavtkokende, med farve og lukt forsynte fraksjoner og de høytkokende, med farve forsynte fraksjoner fra hovedmassen av damper innen blandingen kondenseres. Fordampningen av den kondenserte blanding av kolofonium og fettsyre og rektifikasjon og den differensiale destillasjon fører til et kolofoniumprodukt med høy renhet og lysere farve. Det er både utførlig og fordelaktig med apparatet ifølge oppfinnelsen å fremstille et kolofoniumsprodukt som er enkelt, dobbelt, tredobbelt, etc. destillert, hvorved kolofoniumsluttproduktet er hovedsakelig fritt for uforståbare forbindelser og har en lysere farve enn det i handelen kommersielt klassifiserte.

Oppfinnelsen tilsikter dessuten å frembringe et destillasjonsapparat, hvor kondensatoren frembringer adskillelse ved partiell kondensasjon og samtidig frembringer tilbakeløp til den horisontale differensial-fordamper-differensial-kondensator for opprettholdelse av den ønskede filmsjikttykkelse og den ønskede sammensetning for filmen i kolben.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe et apparat som består av en langstrakt, horisontal fordamper med øvre flater, som frembringer kontinuerlig differensial kondensasjon, hvorved forholdet for differensial kondensasjon varieres slik at alt ettersom dampene sendes i motstrøm oppover mot innmatningen, blir kondensasjonen mindre og mindre, hvorved det oppnås uttatt den ønskede

mengde damp med önsket renhet.

Oppfinnelsen tilsikter også å fremskaffe et apparat som består av en langstrakt horisontal fordamper med övre flater som forårsaker differensial kondensasjon, og i hvilket apparat oppvarmningsmediet er en væske, f.eks. Dowtherm, og oppvarmningsvæsken bringes til å ströme i motström til filmen i fordamperen, hvilket förer til at oppvarmningsvæsken gir en differensial oppvarmning av filmen i kolben.

Oppfinnelsen frembringer dessuten et apparat i hvilket destillasjonsmetoder av (1) partiell kondensasjon, (2) rektifikasjon, (3) differensial destillasjon er kombinert mest mulig fordelaktig for at det skal oppnåes et kompakt apparat, som er enkelt i konstruksjon og ökonomisk å utföre, og som allikevel har riktig rektifikasjonskapasitet for å frembringe en adskillelse mellom to fraksjoner med nærliggende kokepunkter. Et apparat som er slik konstruert at trykkfallet gjennom dette er slik at kokepunktet for det materiale som skal fraksjoneres er lavere enn dets spaltningstemperatur ved det störste trykk innen apparatet.

Oppfinnelsen tilsikter også å frembringe et apparat i hvilket oppholdstiden på alle varmeutvekslingsflater er av størrelsesordenen 1-3 minutter heller enn 15-60 minutter, og fordampning skjer fra filmer som strömmen langs plane varmeutvekslingsflater.

Oppfinnelsen har også til formål å frembringe en fremgangsmåte og et apparat som arbeider under vannfrie forhold og ved lavere temperatur enn hittil kommersielt anvendt apparat, idet den korrosjon som stammer fra fuktighet ved høy temperatur i nærvær av sure materialer er redusert.

Oppfinnelsen vedrører videre å frembringe en fremgangsmåte og et apparat, i hvilket det ikke er nödvendig å blåse inn overhetet vanddamp, hvorved erosjonseffekten utelukkes.

Oppfinnelsen tilsikter dessuten å frembringe anordninger av ap-

parater og fremgangsmåter for fraksjonering av forskjellige komponenter av utgangsmateriale av foran beskrevne art i et betydelig antall forskjellige komponentfraksjoner, idet hver og en av disse fraksjoner uttas enkeltvis ved et spesielt punkt eller plass i apparatet eller ved bearbeidelsen, hvor konsentrasjonen av en utvalgt komponent er bragt til et maksimum i den spesielle fraksjon av flere komponenter.

Oppfinnelsen tilsikter videre å frembringe anordninger ved apparat og fremgangsmåte for fraksjonering av forskjellige komponenter av utgangsmaterialet av den beskrevne art i et betydelig antall forskjellige komponentfraksjoner i flere enkelte enheter for differensial fordampning og kondensasjon, idet minste deler av de enkelte enheter er hovedsakelig identisk for den modulære anordning og deres innbyrdes forhold med henblikk på både væske- og dampstrøm gjennom anordningene gjennom apparatet.

Oppfinnelsen har videre til formål å frembringe anordninger ved apparat og fremgangsmåte for fraksjonering av utgangsmateriale av her beskrevne art i flere forskjellige komponentfraksjoner i et bearbeidelsesstadium, hvorved hver fraksjon har en adskilt konsentrasjon av en spesielt utvalgt komponent i seg, og deretter enkel gjeninnføring av slik fraksjoner i et annet bearbeidelsesstadium for ytterligere rektifikasjon og fraksjonering av enkelte komponenter i slike flerkomponentfraksjoner.

Oppfinnelsen angår dessuten å frembringe anordninger ved apparat og fremgangsmåte for fraksjonering av utgangsmateriale av her beskrevne art i flere forskjellige flerkomponentfraksjoner i et stadium av bearbeidelsen og deretter gjeninnføring av minst noen av slike fraksjoner i et etterfølgende bearbeidelsesstadium for rektifikasjon og fraksjonering av komponenter, idet slike fraksjoner innføres i det etterfølgende bearbeidelsestrinn på forskjellige punkter ifølge den spesielle komponentkonstruksjon i de enkelte komponentfraksjoner.

De forannevnte formål og andre formål og fordeler ved oppfinnelsen vil fremgå klart for fagmannen av den etterfølgende beskrivelse og tegninger.

For at man skal få et bedre bilde av fremgangsmåten og apparatet ifølge oppfinnelsen kommer den foretrukne utførelsesform for oppfinnelsen til først å belyses og beskrives i detalj og deretter vil fremgangsmåtettrinnene bli beskrevet under hensyntagen til det beskrevne spesielle apparat, skjönt det anses naturlig at fremgangsmåten kan gjennomføres i et annet apparat enn det spesielt beskrevne og omtalte. Det henvises til de vedføyede tegninger, hvor

fig. 1 skjematisk viser den foretrukne utførelsesform for apparatet ifølge oppfinnelsen, og som også viser hvordan fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan gjennomføres,

fig. 2 viser den ene ende av en i fig. 1 vist, differensial fordamper-kondensator 10,

fig. 3 viser fra siden i tverrsnitt den i fig. 1 viste, differensial fordamper-kondensator 10,

fig. 4 viser fra siden i tverrsnitt en i fig. 1 vist differensial fordamper-kondensator 11,

fig. 5 viser skjematisk et flow skjema som anskueliggjør en form av anordningen ved apparatet og bearbeidelse under tilpassing av foreliggende oppfinnelse ved behandling av tallolje for dets fraksjonering i flere kolofonium-, fettsyrefraksjoner og andre mellomfraksjoner eller andre kombinerte eller rektifiserte komponentfraksjoner, og

fig. 6 viser noe skjematisk en til fig. 1 svarende form av anordningen ved apparatet og rektifikasjonskomponenter under tilpassing av foreliggende oppfinnelse, f.eks. under anvendelse i en anordning for bearbeidelse, som vises i fig. 5.

Samme henvisningsbetegnelser anvendes på de forskjellige tegninger for å angi samme slags deler.

Med henvisning til fig. 1 som viser to differensiale fordamper-

kondensatorer 10 og 11, som er forbundet med hverandre ved en kondensator 12 og en dampledning 13 og forbundet med et felles vakuumsamlingsrør 14 ved hjelp av dampledninger 15, 16 og kondensatorer 17, 18 og 19 og ledninger 20 og 21 for ikke-kondenserbare damper. Et vakuum kan opprettes i vakuumsamlingsrøret 14 med hvilke som helst hensiktsmessige evakueringsorgan 22, f.eks. en vakuumpumpe, som virker over en ledning 23.

Det henvises nå til fig. 2 og 3 for ytterligere detaljer. Den differensiale fordampner-kondensator 10 er et langstrakt, horisontalt kar hvis bunn er en lang, plan, rektangulær oppvarmningsplate 24, som inneholder flere parallelle hule kanaler 25, som løper på langs gjennom platen mellom rør 26 ved hver ende som er tilsluttet samlingsrør 27, for sirkulasjon av et oppvarmningsmedium med en ønsket temperatur gjennom platen. Veggene og overdelen av den differensiale fordampner-kondensator 10 består av et metallplateskall, av hvilket et parti er innelukket i en mantel 28 med innløp 29 og utløp 30, ved hjelp av hvilke et kjølemiddel med en ønsket temperatur kan sirkuleres gjennom mantelen, hvorved dette mantlede parti av skallet kan anvendes som en kondensatorflate 31. Lengden og arealet for denne kondensatorflate er en beregningssak. Ved denne utførelsesform strekker denne seg fra den ytterste oppstrømsende langsetter ca. $\frac{2}{3}$ av karetets lengde, hvorved kondensatorflatens areal tiltagende forandres fra oppstrømsenden til nedstrømsenden. Gjenstående, utvendige flater 32 er isolert for at kondensasjon og varmetap skal forhindres. Det er anordnet et innmatningsinnløp 33, som muliggjør at innmatet materiale kan innføres direkte på oppvarmningsplaten på et punkt som er beliggende $\frac{1}{3}$ (mer eller mindre) av avstanden fra damputløpet 15 til kondensatorflatens nedstrømsende. Et utløp 34 for ikke fordampet materiale er anordnet ved den ytterste motsatte ende i nedstrømsretning fra innmatningens innløp. Utløpsrørets overdel stikker inn i karet ca. 1 mm over oppvarmningsplatens øvre nivå. På kort avstand over platen er langstrakte holdere 35 anordnet for å holde en motstrømsadskiller 36 som kan være eller ikke kan være nødvendig, avhengig av råvarens natur. En demonterbar manluke 37 er anordnet ved enden for inspeksjon eller rengjøring av karet.

Det henvises nå til fig. 4 for ytterligere detaljer. En differensial fordampner-kondensator 11 er et langstrakt horisontalt kar, hvis bunn er en lang, plan rektangulær oppvarmningsplate 38 som inneholder flere parallelle hule kanaler 39, som løper på langs gjennom platen til rør 40 ved hver ende og deretter til et samlerør 41 for sirkulasjon av oppvarmningsmedium med en ønsket temperatur gjennom platen. Veggene og overdelen av en differensial fordampner 11 består av et skall av metallplater, av hvilket en del er innelukket i en mantel 42 med et innløp 43 og et utløp 44, gjennom hvilke kjølemediet med en ønsket temperatur kan sirkuleres gjennom mantelen, hvorved dette mantleparti av skallet anvendes som en kondensatorflate 45. Denne kondensatorflate strekker seg fra karetts oppstrømsende til et punkt ca. $\frac{3}{4}$ nedover karetts lengde. Karetts gjenstående, utvendige flater 46 er isolerte. Et dampinnløpsrør 13 er innført i karet gjennom dets overdel etter en strekning på ca. $\frac{1}{3}$ av karetts lengde fra nedstrømsenden. Et utløp 47 for ikke-for-dampet materiale er anordnet ved den ytterste nedstrømsende motsatt damputløpsrøret 16. Overdelen av utløpet 47 stikker opp ca. 1 mm over oppvarmningsplatens øvre nivå.

Kondensatorene 12, 17, 18 og 19 kan være av en hvilken som helst vanlig konstruksjon sålenge hver kondensator har en størrelse og en konstruksjon som utelukker ethvert vesentlig trykkfall gjennom denne.

I det følgende gis en beskrivelse av den fremgangsmåte som nærværende oppfinnelse vedrører sammen med og i tilslutning til en beskrivelse av arbeidsforløpet for den foran beskrevne utførelsesform av apparatet. Det materiale som skal bearbeides, f.eks. rå tallolje, mates inn over et rør 48 til en vakuumsørker 49 som kan være av konvensjonell konstruksjon og ha et ved hjelp av et evakueringsystem 50 opprettholdt høyt vakuum. I sørkeren 49 fjernes hovedsaklig alt vannet og meget av de ikke-kondenserbare materialer. Det resulterende tørkede og avluftede råmateriale bringes til å strøme gjennom et rør 51 og en pumpe 52 til en blekningstank 53 som kan være av konvensjonell konstruksjon og ha egnede organ for oppvarmning og omrøring. Her behandles rå-

materiallet med et passende blekemiddel. Det blekede råmateriale sendes deretter av en pumpe 54 gjennom et rør 55 og et filter 56, som kan være av konvensjonell konstruksjon, og deretter over en ledning 57 til en innmatningsoppbevaringstank 58. Den rå tallolje mates deretter av en pumpe 59 gjennom et rør 60 til en innmatningsforvarmer 61.

I denne forvarmer kan råmateriallet oppvarmes til en ønsket temperatur men for bearbeidelse av tallolje foretrekkes det å oppvarme talloljen til en noe lavere temperatur enn den i en differensial fordamper-kondensator lo opprettholdte temperatur. Fra forvarmeren føres innmatningsstrømmen ved hjelp av et rør 62 med en forutbestemt mengde pr. tidsenhet inn i differensial fordamper-kondensatoren lo og tømmes ut på oppvarmningsplaten. Det nøyaktige uttømningspunkt er en beregningssak og beror på arten av det innmatede materiale og de ønskede komponenters fraksjoneringsgrad. For rå tallolje, hvor maksimal fraksjonering ønskes, har det optimale punkt for innstrømning ved den beskrevne utførelsesform vist seg å ligge på en avstand av ca. $1/3 L$ nedstrøms fra oppstrømsenden (hvor L er karetts totale lengde). Med en gang sprer innmatningen seg på oppvarmningsplaten i en film med ca. 1 mm's sjikttykkelse, som bestemmes av væskeutløpsrørets 34 nivå, og begynner å strømme nedover mot utløpet.

Fordi innmatningen er nær fordampningstemperaturen ved innstrømning begynner fordampningen nesten umiddelbart og opprettholdes ved jevn hastighet alt ettersom filmen fortsetter å strømme nedover. Ved beregninger reguleres innmatningsmengden pr. tidsenhet og platens temperatur slik at det bare fordampes en liten del av innmatningen for hver lengdeenhet plate hvorover innmatningen sendes. Platens lengde og totale areal er beregnet slik at total ønsket fordampning oppnåes. Ved hvert suksessivt punkt i nedstrømsretning blir destillatdampene og væskestrømmen kontinuerlig rikere på høytkokende komponenter som følge av differensiale destillasjoner ved punktene i retning fremover, og omvendt ved hvert suksessivt punkt i oppstrømsretningen blir destillatdampene og væskestrømmen kontinuerlig mere fattige på høytkokende komponenter.

Den på differensial fordampner-kondensatorens oppstrømsdel anordnede kondensatorflate virker for ytterligere å forhøye denne konsentrasjon av komponenter på følgende måte. Innen dette areal dannet damp er tilbøyelig til å strømme oppover mot oppstrømsdamputløpet 15, og fordi den slår mot kondensatorflaten kondenseres den differensielt, hvorved kondensatet faller tilbake på platen i oppstrømsretningen fra punktet for opprinnelig fordampning, og behandlingen gjentas på nytt. Kondensatorens areal og temperatur kan reguleres for oppnåelse av den ønskede mengde pr. tidsenhet kondensasjon, hvilken i hvert tilfelle må være mindre enn platens fordampningskapasitet. I det belyste tilfelle opprettholdes kondensatmengden pr. tidsenhet fordelaktigst ved ca. 1/2 av fordampningsmengden pr. tidsenhet ved kondensatorens nedstrømsende og forandrer seg langsomt til ca. 1/10 av fordampningsmengden pr. tidsenhet nær kondensatorens oppstrømsende. Under slike forhold strømmer hovedsakelig alle av de på platen under kondensatoren dannede damper mot oppstrømsutløpet 15 for lavtkokende damp, og de under det isolerte parti dannede damper strømmer til nedstrømsutløpet 13 for høyt-kokende damper.

Med disse samtidige, kompletterende fremgangsmåter for differensial fordampning og differensial kondensasjon oppnåes en høy grad av fraksjonering av innmatningens komponenter. F.eks. ved bearbeidelse av en gjennomsnittlig rå tallolje som inneholder 48% kolofonium, under de foran beskrevne forhold og trinn av fremgangsmåten sendes ca. 40 vekt% av innmatningen inn i dampledningen 15 som fettsyre som inneholder høyst 1-2% kolofonium, noe over 40% sendes inn i dampledningen 13 som kolofoniumdamp som inneholder ca. 15% fettsyrer, mens mindre enn 20% sendes ut gjennom væskeutløpet 34 som bek hovedsaklig uten fettsyrer eller produkter av termisk spaltning. De fettsyredamper som strømmer inn i kondensatoren 17 kondenseres med unntagelse av en liten fraksjon som inneholder det meste av de med farve og lukt forsynte stoffer, som, når de er lavere kokende, får sendes til kondensatoren 18 hvor de kondenseres, hvorved de to kondensatorers temperaturer er slik avpasset, at det ønskede kondensasjonsforhold kan oppnåes i hver av dem. Kondensatene tas ut gjennom rør 63 og 65.

Hvis så ønskes, f.eks. når et råmateriale med høyere kolofoniuminnhold bearbeides, kan avtappingsventilen i kondensatorutløpsrøret 65 innstilles slik at en del av kondensatorens 17 kondensat kan sendes tilbake til differensial fordamper-kondensatoren 10, hvorved fraksjoneringen kan forbedres ved ytterligere differensial fordampnings-kondensasjonseffekter og ønsket mengde væske kan frembringes for at oppstrømsfilmen med ønsket sjiktstørrelse og sammensetning skal kunne opprettholdes. De damper, som inneholder ca. 85% kolofonium og som sendes ut gjennom damputløpet 13, strømmer inn i kondensatoren 12 som arbeider ved en regulert temperatur på en slik måte at det oppnåes partiell kondensasjon av 10-20 % av de inntredende damper, hvorved kondensatet blir på ca. 95% kolofoniuminnhold og det tas ut. Det har vist seg at de med farve forsynte stoffer i kolofonium kan konsentreres og fjernes på denne måte i den høyere kokende komponent. De damper som sendes gjennom kondensatoren 12 føres ved hjelp av dampprøret 13 til differensial fordamper-kondensatorens 11 overdel, hvor de strømmer mot damputløpet 16, mens de sendes langs kondensatorflaten 45 og differensial-kondenseres på denne.

Kondensatet faller til oppvarmningsplaten og strømmer mot væskeutløpet 47, og fremgangsmåtene for gjentatt, differensial fordampning og differensial kondensasjon skrider frem som tidligere beskrevet. Alle damper kommer inn i damputløpet 16 og sendes inn i kondensatoren 19, hvor de kondenseres og kondensatet tas ut gjennom en ledning 67, idet en ventil 66 innstilles slik at en del av kondensatet sendes tilbake gjennom dampledningen 16 til differensial fordamper-kondensatoren for at fraksjoneringen skal forhøyes og filmen skal opprettholdes. Vækefilmen på platen blir således mer og mer rik på den høytkokende komponent (kolofonium) og tas ut gjennom væskeutløpet 47. Ved den således beskrevne fremgangsmåte tas ut ca. 80% av de i differensial fordamper-kondensatoren 11 innstrømmende damper som væske gjennom væskeutløpet 47, og væsken inneholder ca. 97% kolofonium, som hovedsakelig er fritt for uforsåpbare og med farve forsynte stoffer, mens ca. 20% uttas som væske fra kondensatoren 19 som talloljestedstillat som inneholder 25 % harpiks.

Om man ønsker å fremstille produkt for emulsjonspolymerisasjon av butadien og styren hydreres de gjennom ledningen 65 avtappede fettsyrer for at linolsyrene fortrinnsvis skal omdannes til oleinsyrer, hvoretter fettsyrene omdannes til enten en natrium- eller kalisåpe, som skal utnyttes som et emulgeringsmiddel for emulsjonspolymerisasjonsreaksjonen, hvorved denne blir en rasjonell økonomisk fremgangsmåte for å få en kilde for lavtittersåpe for lavtemperaturpolymerisasjon ved tilvirkning av gummi. Lavtittersåpen fra andre oleinfettsyrematerialer er så dyre at deres anvendelse ved gummiprosessen nesten blir prohibitiv.

Når apparatet er i drift for fremstilling av raffinerte fettsyrer fra bomullsfrøolje-raffineringsrester, arbeider fordamp-eren 11 og kondensatoren 19 som totale kondensatorer, hvorved noe varme ikke tilføres karet 11, og den lavere kokende palmittinsyre-fraksjon tas ut ved ledningene 63 og 65, den høytkokende, olefiniske fraksjon ved utløpet 47 og resten ved utløpet 34.

Av det forangående fremgår det at anordninger og fremgangsmåter ifølge oppfinnelsen gir helt tilfredsstillende rektifikasjon med minimal varmeindusert spaltning, harpiksdannelse, polymerisasjon og liknende uøkonomiske eller ikke ønskede reaksjoner. Slike fordeler antas i høy grad i første rekke å være en følge av differensial-fordampningen og differensial-kondensasjonen, hvorved væske- og dampstrømmen går motstrøms, slik at en konsentrasjonsfradient erholdes langs apparatet med hensyn til både væskestrømmen og dampstrømmen i motstrøm. Den væskefase som oppvarmes når således ikke en likevektskonsentrasjon som ved vanlig fremgangsmåte for destillasjon, og den konstante anrikning av denne under dens gang gjennom apparatet gir selektiv retur-nering til væskestrømmen av dampfraksjoner som kondenseres ved spesielle punkter hvor fraksjonering av komponentene i disse hurtigst kan bringes til maksimum med et minimum av driftsinhold av varmfølsomme komponenter i væskefase.

Ytterligere fordeler langs disse linjer antas videre å være føl-gen av, at det ifølge oppfinnelsen utnyttes relativt tynne væske-filmer som oppvarmes på de oppvarmede plater. Spesielt under

høyt vakuum i apparatet ifølge oppfinnelsen finnes det således en utpreget skvalpningseffekt mens den tynne væskefilm fordampes, hvilket fører til en kraftig stråle eller en kraftig sky av små væskedråper som konstant kastes direkte over de oppvarmede flater og når kanskje 20 eller 25 cm opp i damprommet. Disse små dråper gir et stort overflateareal av væske, kanskje 1500 ganger væskearealet av den opprinnelige film i intim kontakt med damp, hvilket således fremmer høy hastighet for termisk diffusjon og masseoverføring, hvilket fører til høy rektifikasjonseffektivitet.

Foruten at oppfinnelsen muliggjør at komponenter av en væskeformet blanding skilles i fraksjoner ved en teoretisk bunn, medfører den ennå flere virkninger i adskillelse og fraksjonering ved at dampfraksjoner avgis ved differensial-kondensatororgan. Da slike forskjellige dampfraksjoner returneres eller settes til en i fordampning og bevegelse foreliggende væskefilm ved differensial-kondensasjon og motstrømsstrøm, økes rektifikasjonen ytterligere ettersom fraksjonene igjen føres inn i den i bevegelse og fordampning værende væskefilm ved et punkt i strømmen, hvor væskefilmens sammensetning tilsvarende sammensetningen hos den tilbakevendende eller forut fordampede fraksjon. Således utføres den differensiale fjernelse av komponenter fra utgangsblandingen sammen med etterfølgende adskillelse eller rektifikasjon av enkelte komponenter i de fordampede fraksjoner og med kontinuerlig oppdeling av en væskeformet blanding i flere forskjellige fraksjoner ved hjelp av apparatet og deretter oppsamling av slike oppdelte fraksjoner for ytterligere rektifikasjon ved forskjellige punkter langs systemet ifølge hver enkelt fraksjons spesielle sammensetning.

Enten slik oppsamling og oppdeling ifølge oppfinnelsen utføres i en enkelt enhet, f.eks. den differensiale fordamper-kondensatorlo eller i flere av de seg imellom forbundne enkelte enheter er en sak som først og fremst vedrører det spesielle materiale som behandles, sammensetningene og renheten av de ønskede spesielle fraksjoner som til sist skal skilles av og liknende faktorer. Enten oppdelte damper tas ut og kondenseres ved slike kondensatorer som 12 eller 17 ved apparatets ytterste ende, eller ved andre eller ytterligere kondensatororgan som er anordnet ved

andre punkter langs apparatet, bestemmes også faktorer i stor utstrekning av de spesielle materialer som behandles og de ønskede spesielle resultater. Delvis som resultat av en innvirkning av skvalpning og kraftig ekspansjon som merkes under fordampning av de meget tynne væskefilmer, og kanskje delvis som resultat av forekomsten av et på systemet anordnet, høyt vakuum har fordampede materialer, som stiger opp fra den oppvarmede plate, tilstrekkelig dampfastighet til å fortsette til den nærmeste kondensflate med et minimum av diffusjon med damper i tilgrensende deler av apparatet, og slike hastighetsfaktorer er likeledes egnet for å sørge for at en strøm av damper separat dirigeres inn i den nærmest tilgjengelige kondensatoranordning, enten denne er bare den avkjølte kondensatorflate 45 eller en slik uttagingskondensator som 12 eller 17. Likeledes oppnåes enten en adskillelse eller endring i dirigering av dampstrøm ved at kondensasjonen avbrytes ved apparatets overdel (slik som ved isolering 32) eller alternativt ved at dampstrømmens vei virkelig fysikalisk forårsakes avbrudt ved at det anordnes enkelte enheter med kontinuerlig væskestrøm derimellom oppnåes fremdeles den ønskede høye grad av adskillelse og rektifikasjon ifølge oppfinnelsen.

For særlig å belyse det foranstående vises i fig. 5 og 6 en tilpassing av foreliggende oppfinnelse på et anlegg for behandling av tallolje, hvor det utnyttes flere mere eller mindre modulære differensial fordampning-kondensasjons- eller oppdelings- og oppsamlingsenheter for fraksjonering av talloljekomponenter i et betydelig antall fraksjoner, av hvilke hver og en ytterligere rektifiseres og oppsamles på slik måte at to eller tre høyt konsentrerte, rensede kolofonium-, fettsyrefraksjoner og mellomfraksjoner til slutt oppnåes.

Vedrørende et slikt system og de resultater som skal oppnåes med det, kan det hensiktsmessig fremholdes, at behandlingen av tallolje ifølge oppfinnelsen for utvinning fra denne hovedsakelig avfallsprodukter av kommersielt anvendelige eller verdifulle rensede fraksjoner eller komponenter, kan innebære fraksjonering av talloljeutgangsmaterialet i følgende fraksjoner av kommersielt anvendelige materialer, eller fjerning av ikke-ønskede for-

urensninger, slik som (a) en farvet fraksjon, (b) lavtkokende, uforsåpbare komponenter, (c) palmitinsyrekomponenter, (d) olein-, linol-, etc. fettsyrekomponenter, (e) kolofoniumkomponenter, (f) sterolkomponenter og (g) bekrester.

Farvesprøsmålet, som kan ha vesentlig betydning ved markedsføring av de erholdte produkter, har forbindelse med nærværet i den rå tallolje av små mengder materiale som er tilbøyelig til å undergå termisk spaltning under forholdene for høyvakuumdestillasjon. Fortrinnsvis er denne tilgodesett for den hovedsakelige fraksjonering ved oppvarming av råmaterialet i noen timer under høyt vakuum og ved en temperatur like under fettsyrekomponentenes kokepunktsområde (f.eks. ca. 105-150°C avhengig av vakuum), hvilken behandling enten fjerner de farvegivende materialer og/eller stabiliserer eller "former" de ustabile materialer, slik at de ikke lenger er flyktige og derfor etterlater en minimal forurensning i de senere rektifiserte, anvendelige fraksjoner av kolofonium- eller fettsyrematerialer som skal skilles fra.

Deretter skilles de angitte palmitinsyre-, harpikssyrefraksjoner og de olefiniske fettsyrefraksjoner fra bekrestene og sterolene i en rekke trinn av differensial-fordampning og differensial-kondensasjon i fortrinnsvis flere enkelte, men i serie seg imellom forbundne enheter, i hvilke de forskjellige trinn av differensial-fordampning og differensial-kondensasjon utføres for rektifisering av flere fraksjoner med forskjellig sammensetning, oppsamling av beslektede fraksjoner og gjeninnføring av disse i etterfølgende trinn av rektifisering ved forskjellige punkter hvor mellomfraksjonens sammensetning tilsvarer væskefasens sammensetning ved det spesielle punkt for tilbakeinnføring. Endelig rektifikasjon utføres således ved differensial eller enkel destillasjon ved den økede intime kontakt mellom damper og stråle fra væskefasefilmen, ved differensial eller enkel kondensasjon, ved den økede intime kontakt mellom damper og kondensat og ved oppsamling av de forskjellige fraksjoner og enkelt gjeninnføring av disse ved punkter langs med apparatet, hvor de damper som dannes ved fordampning fra væskefilmen hovedsakelig er i like-

vekt med det spesielle inkrement av væskefasefilmen fra hvilket dampene stammer.

Den til sist ønskede sammensetning for hver spesielle sluttfraksjon kan i høy grad reguleres eller dikteres av varierende markedsforhold for et spesielt materiale ved en spesiell renhetsgrad, og den spesielle sammensetning eller renhet for en til sist fraskilt fraksjon reguleres med letthet ifølge det punkt i systemet, ved hvilket en slik fraksjon helt skilles fra i et produkt. Fra et talloljeråmateriale som opprinnelig inneholder ca. 3% palmitinsyre kommer tolv teoretiske bunner i de forskjellige bearbeidelsesstadier ifølge oppfinnelsen (medregnet både differensial-fordampningstrinn og differensiale og rektifiserende eller fraksjonerende kondensasjoner) til å frembringe en palmitinsyrefraksjon med ca. 90%'s renhet, som er en kjent artikkel på markedet, og som kan markedsføres som sådan og/eller ytterligere renses eller rektifiseres alt etter ønske.

I stedet for å utføre en fullstendig rektifikasjon eller fraksjonering i en enkelt enhet (f.eks. 10 i fig 1) foretrekker man også å utnytte et antall enkelte enheter (f.eks. de i fig. 5 og 6 nedenfor beskrevne) slik at den del av det i enhetene inntredende, væskeformede materiale, i hvilket den største del av kolofoniumet og den olefiniske fettsyre fraksjoneres, allerede er blitt i det vesentlige fri for uforsåpbare, lavtkokende lette sluttfraksjoner og en palmitinsyrefraksjon med ønsket renhet. En ytterligere påharpikssyrer rik fraksjon (som utgjør kanskje ca. 1/3 av den opprinnelige råinnmatning) kan med letthet fraksjoneres slik at den inneholder kanskje 15% kolofonium i blanding med olefiniske fettsyrer. En slik blanding kan markedsføres direkte som et destillert produkt med lavt kolofoniuminnhold, hvilket er kommersielt erkjent, eller ytterligere rektifiseres for ytterligere fraksjonering av kolofonium og fettsyrekomponenter. I hvert fall etter hovedsakelig fullstendig fjerning av palmitinsyrekomponenter og lavtkokende, lette sluttkomponenter fordampes kolofonium- og fettsyrekomponenter inntil restens syretall er bragt ned til 50 - 100, avhengig av råmaterialets opprinnelige sammensetning og den fremkommende grad av tilbakestrømning for

fremstilling av de önskede kommersielle produkter med önsket renhet. F.eks. gir 14 teoretiske bunner (etter fraksjonering av palmitinsyre og lette sluttfraksjoner) fraksjonering av kolofonium- og fettsyrefraksjoner med ca. 98%'s renhet hos hver enkelt, og tilfredsstillende resultater ifölge oppfinnelsen er oppnådd med en hovedsakelig ren fettsyresluttfraksjon og et 95%'s ferdigfremstilt kolofoniumsprodukt av en selgelig, kommersiell kvalitet (f.eks. "WO" eller "N" kolofonium). Rester med syretall på 50-100 rektifiseres ytterligere og gir som destillat et mykt mørkt kolofoniummateriale og en siste rest med et syretall på ca. 4.

De foranstående arbeidsforløp gir da en virkelig syrefri bek for steroidfraksjonering i f.eks. et molekulardestillasjonsapparat for fjerning av upolymeriserte, ikke-forestrede steroidmaterialer som skal selges som et kjent rått steroidmateriale, mens den erholdte rest deretter tilfredsstillende forsåpes, gjøres svakt sur, vaskes, neutraliseres slik at ytterligere raffinert steroidmateriale kan fjernes ved ytterligere molekularavdrivning. Alternativt kan bekken ved ca. 50-100 syretall selges som sådant men som et igjenkjenneligt kommersielt produkt, og hver og en av de første eller andre steroidfraksjoner har sin kommersielle anvendelighet.

For ytterligere å belyse tilpassingen av oppfinnelsen på slik bearbeidelse av tallolje henvises til flyteskjemaet i fig. 5, i hvilket det vises en anordning av et apparat ifölge oppfinnelsen og en arbeidsrekkefølge av bearbeidelsestrinn. På fig. 5 finnes det således flere oppdeler- eller differensial-fordamper-kondensatorenheter 101-106, av hvilke hver og en har en eller flere deflegmerende kondensatorer og i alminnelighet er konstruert ifölge nedenstående beskrivelse, som spesielt henviser til fig. 6, og alle enhetene er forenet i den önskede serie eller rekkefølge av hensyn til en væskefaseström gjennom alle seks enheter. I ledningen med behandlingsmaterialeström er det anordnet en forbehandlingsenhet 107 for törkning eller dehydratisering, avluftning og termisk spaltning av de farvegivende materialer i et rått talloljemateriale fra en råvarekilde 100.

I flyteskjemaet på fig. 5 angis ledninger for strømmen av talloljemateriale, som behandles i systemet, og derav fremstilte produkter med heltrukne linjer, mens vakuumstrømningsanordningen på systemet angis med dobbelte linjer, og oppvarmningsvæskestrømmen til apparatenes forskjellige angitte elementer angis med strekede linjer, idet retningene for strømminger av de respektive materialer gjennom de respektive ledninger angis med piler på linjene.

Skjønt driften av hele det skjematisk gjengitte system i hovedsaken skal være kontinuerlig, ønsker man allikevel å holde det materiale som skal behandles i kanskje 8 timer ved en temperatur (under fettsyrekokeområdet) på ca. 105-150°C under det meget høye vakuum (trykk ned til 2 mm Hg eller derunder) for stabilisering av den termiske nedbrytning, som kan ventes, av farvegivende materiale for dehydratisering og forvarmning, som tidligere beskrevet for vakuumbørstørkeren 61 i anordningen ifølge fig. 1. For å utføre dette lar man forvarmningsenheten 107 inneholde et evakuert forstøvningskammer 110 som er forenet med vakuumsystemet ved hjelp av en ledning 111, og som har et forstøvningshode 112 for mottagning og finfordeling eller oppvarmning og ekspanderende av rått talloljemateriale fra innløpet 100 og ved den for hele systemets bearbeidelseskapasitet ønskede strømningsmengde pr. tidsenhet (f.eks. 1400 kg/time) for innføring av materialet som en stråle i det evakuerte forstøvningskammer 110 og en til dette tilkoblet vakuumkolonne 113. For imidlertid å holde materialet i forbehandlingsenheten 107 i så lang tid som 8 timer innen man fører inn den forhandlede rå tallolje i etterfølgende enheter i systemet, har man anordnet et tilbakesirkulasjonssystem som omfatter en varmeutvekslingskolonne 114 med en tilbakesirkulasjonspumpe 115 og et tilbakesirkulasjonsforstøvningshode 116, som er konstruert og dimensjonert for en tilbakesirkulasjonsgjennomgangskapasitet på 8 ganger den for forstøvningshode 112. Ventiler 117 og 118 er anordnet for regulering av den materialstrøm gjennom enheten 107 som skal tilbakesirkuleres enten gjennom varmeutveksleren 114 eller gjennom en parallell varmeutveksler 119, fra hvilken væsketilførslen innføres i en første differensial-fordamper-kondensatorenhet 101 ved hjelp av en ledning 120.

Et hovedsystem er anordnet for oppvarmning av de forskjellige elementer i det skjematisk viste apparat med en oppvarmningsvæske og angis generelt som et konvensjonelt, kjent "Dowtherm" oppvarmningssystem med en varmekilde 125, fra eller over hvilken oppvarmningsvæske sirkuleres gjennom en vist forgreningsanordning for tilførsel og returnering av væske ved ledninger 126 og 127 med en pumpe 128 for matning av forskjellige elementer i de i fig. 5 med stippled linjer for strøm viste anordninger. En del av dette oppvarmningssystem utnyttes for oppvarmning av varmeutvekslerne 114 og 119 (slik som ved matningsledningene 129 og 130 og returledninger 131 og 132 for oppvarmningsvæsken). De forskjellige returledninger for oppvarmningsvæsker fra de forskjellige elementer av apparatet samles i et samlerør 135 for regulering av disse, og strømmen av oppvarmningsvæske for hele systemet reguleres ved de som gruppe 136 angitte forskjellige ventiler med respektive strømningsmålere 137 for regulering av alle "Dowtherm"-returledninger med returstrøm, som sendes tilbake til samlerøret 127.

Tallolje som skal behandles innføres ved 100 i enheten 107, hvor den forvarmes og tørkes og holdes i ca. 5-8 timer ved en høy temperatur (men under temperaturområdet for kokning eller termisk spaltning av de ønskede, anvendelige komponenter, som senere skal fraksjoneres) og under opprettholdelse av høyt vakuum i systemet. Fra forbehandlingsenheten 107 innføres det materiale som skal behandles over ledningen 120 til væsketilstrømningsinnløpet for differensial-fordamper-kondensator-fraksjoneringsenheten 101, som omfatter (hvilket tydeligere vises på fig. 6) en hovedsakelig horisontal, langstrakt fordamper-kondensator-sone eller et tilsvarende parti (hovedsakelig som beskrevet i forbindelse med anordningen i fig. 1 - 4) med en oppvarmet plate 140, langs hvilken en tynn væskefilm strømmer og fra hvilken differensial-fordampning oppnåes, og en øvre, langstrakt differensial-kondensatorflate 141 over den oppvarmede plate 140 for differensial-kondensasjon av materialet som fordampes fra platen 140. Ved oppstrømsenden for væskestrømmen gjennom enheten 101 er anordnet en deflegmerende kondensator 145 med flere kondensatoruttak 146 og 147 ved mange forskjellige nivåer for kon-

densatborttagning, slik som det beskrives nedenfor. Platen 140 hos enheten 101 oppvarmes ved sirkulasjon av oppvarmningsvæske fra "Dowtherm"-systemet, hvilket vises med en mateledning 148 og en returledning 149 - skjönt dette system er utelatt på fig. 6 for enkelhets skyld, og systemet er anordnet med oppvarmningsplaten 140 på hovedsakelig samme måte som tidligere beskrevet i forbindelse med fig 2.

Hver og en av ytterligere enheter 102 -106 inneholder likeledes hovedsakelig horisontale og langstrakte differensial-fordampningsplater (henholdsvis 150-154) og derover liggende kondensatorflater (henholdsvis 155-166) og en eller flere rektifikasjonskondensorer (160-166), som er anordnet ved oppstrømningsendene for væskestrømmen langs de respektive horisontale plater (foruten for tilsetningskondensatorene 162 og 163 i enheten 103) med flere kondensatuttak i hver kondensator.

Alle differensial-fordampningsplater 150-154 oppvarmes ved sirkulasjon av oppvarmningsvæske fra "Dowtherm"-systemet, hvilket vises med stiplede linjer i fig. 5, selv om spesiell henvisning og forklaring av hver ledning ikke anses nødvendig her, da forløpene fullstendig fremgår av tegningen. De i fig. 5 henholdsvis fig. 6 skjematisk viste enheter er i alminnelighet konstruert ifølge den tidligere redegjørelse for fig. 1-4, og det gjøres ikke her noen ytterligere henvisning til detaljene. Overdelen av hver og en av kondensatorene 145 og 160-166 er tilkoblet (slik som med respektive vakuumledninger 170-177) til hovedvakuumrøret 178 for opprettholdelse av det ønskede vakuum på systemet og/eller til en hjelpevakuumledning 179, som opprettholder ønsket forhold for redusert trykk i forbehandlingsenheten 107.

Tilfredsstillende resultater er oppnådd i en slik anordning av apparatet for innstilling av en talloljebearbeidelseskapasitet på ca. 1400 kg/time emed enhetene 101-104, hvor respektive oppvarmede plater har en lengde på ca. 5,5 m og en bredde på 1,2 m, og med de respektive horisontale kondensatorflater ca. 0,9 m over platene. Sammenliknbare hensiktsmessige dimensjoner for

enhetene 1o5 og 1o6 er 9,1 m lengde og 1,2 m bredde og 0,9 m høyde. Tilfredsstillende resultater oppnåes likeledes med de deflegmerende kondensatorer 145 og 160, som er omtrent 6,4 m høye og 0,9 m i diameter, med de forskjellige kondensatuttak i egnede høyder, slik som det beskrives nedenfor for det tilsiktede formål, og med oppfangerringer for kondensat rundt kondensatorenes innside og vertikalt anordnede med ca. 0,5 m's mellomrom. Dimensjonene for kondensatorene 161-163 er likeledes 5,5 m høy og 1,2 m i diameter med samme ringanordning, mens kondensatoren 164 hensiktsmessig er 6,4 m høy og 1,2 m i diameter og kondensatorene 165 og 166 er fullt tilstrekkelige med høyde 7,3 m og diameter 1,2, idet hver og en har en vannmantel 185 henholdsvis 186 på kjent måte og for sirkulasjon av kjølemiddel gjennom denne for økning av den ønskede kondenseringsseffekt, og disse vannmantler er beliggende i den øvre halvdel av kondensatoren, dog nedenfor dens topp.

Med hensyn til materialstrømmen i fig. 5 fjernes to kondensatfraksjoner fra kondensatoren 145 av fraksjoneringsenheten 1o1 gjennom uttakene 146 og 147. Den lavest kokende av disse fraksjoner innføres i kondensatoren 160 av enheten 1o2 ved 190, mens den høyst kokende fraksjon fra enheten 1o1 innføres som væsketilførsel i oppstrømsvæskeinnløpsenden av enheten 1o2 og danner en væskefasefilm over den oppvarmede plate 150 i enheten 1o2. Det tas ut kondensat fra kondensatoren 160 ved 192, hvilket kondensat hovedsakelig inneholder lavtkokende og uforsåpbare lette sluttfraksjoner, hvilke innføres sammen med andre lavtkokende destillatmaterialer fra enhetene 1o5 og 1o6 eller samles opp et annet sted i et destillatsamlerør 193 til en lagertank 194 for lette sluttfraksjoner, fortrinnsvis gjennom en væskelås 195 og en strømningsregulator 196 på helt kjent måte.

Utstrømmende væske fra enheten 1o1 sendes ut ved dennes nedstrømsende 199 for væskestrømmen og innføres i enhetens 1o3 oppstrømsende 200 for væskestrøm. Om enhetene 1o3 og 1o1 er helt adskilte har dette ikke noen avgjørende betydning i denne forbindelse, forutsatt at strømmen av væskefase gjennom enhetene 1o1 og 1o3 etc. er kontinuerlig, mens strømmen av damp er i motstrøm til væskestrømmen i de nevnte partier av reaksjons- eller

rektifikasjonstrinnene i rekkefølge. Som tidligere nevnt i forbindelse med fig. 1 opprettholdes en hovedsakelig kontinuerlig væskestrøm fra venstre til høyre i differensial-fordamperen 10, når motstrømmende dampstrøm i denne bringes til å dele seg opp. D.v.s. isolasjon som forhindrer kondensasjon ved den høyre del av enheten 10 gjør at dampene til venstre for det isolerte parti (ved hjelp av vakuumsystemet eller andre tilstander for partialt trykk) trekkes til kondensatoren 17 når dampene i det isolerte parti tar motsatt retning mot kondensatoren 12. Noen forenkling av installeringen og kanskje driften kan man oppnå ved å anordne enkelte, separate modulære enheter, slik som 101 og 103, for å inneslutte og regulere den motsatt rettede dampstrøm, mens kontinuerlig væskefasestrøm opprettholdes gjennom disse. Styring av dampstrømmens retning etc. kan man oppnå ved å ta hensyn til de termodynamiske lover eller gasslovene og ved virkelig fysisk å avbryte eller skille dampfasene over den kontinuerlig, strømmende og fordampende væskefilmen gjennom enhetene 101 og 103.

Ved dette spesielle punkt i fraksjoneringen og rektifikasjonen i rekkefølge av de forannevnte forskjellige komponenter av tallolje er den i første rekke ønsket funksjon for enheten 103 å samle opp flere fraksjoner med varierende sammensetninger. Følgelig er det i første rekke den i enhetens 103 respektive kondensatorer 161-163 (og dessuten enhetens 104 kondensator 164) oppnåelige fraksjonering eller rektifisering som her ønskes. Det foretrekkes således å ha enhetens 103 alle horisontale, ytre flater slik isolert (eller på annen måte temperaturstyrt), at kondensasjonen på den horisontale flate 156 av de fra den oppvarmede plate 151 i enheten 103 fordampede komponenter virkelig bringes ned til et minimum med det resultat at de fordampede komponenter kondenseres i kondensatorene 161-163 og danner et begrenset og adskilbart antall fraksjoner i stedet for den med kontinuerlig differensial-kondensasjon i de andre enheter med uisloerte eller kjølte, øvre, horisontale kondensatorflater oppnåelige, uendelige sammensetningsgradient. Flere uttak er slik anordnet ved forskjellige høyder i de respektive kondensatorer 161-163 (og også i enhetens 104 kondensator 164) at et antall

mellomfraksjoner eller partielt rektifiserte fraksjoner adskilles, idet hver og en har en spesiell sammensetning og har mer eller mindre av de ønskede spesielle kolofonium- og fettsyrematerialer, som til sist skal fullstendig rektifiseres og skilles fra hverandre.

Ved den angitte utførelsesform har hver og en av kondensatorene 161-164 to kondensatuttak 201-208 ifølge fig. 6. Da ingen av de ved kondensatuttakene 201-208 fraskilte fraksjoner er (eller ansees å være) en endelig rektifikasjon av en spesiell ønsket sluttkomponent av den opprinnelige blanding, er den spesielle sammensetning for hver fraksjon (eller til og med det spesielle antall enkelte fraksjoner) ikke særlig avgjørende ifølge oppfinnelsen. Det ønskede første resultat er adskillelsen av kondenserbare dampfaser ved dette punkt i prosessen til et betydelig antall forskjellige fraksjoner med forskjellige mengder eller sammensetninger av de respektive, spesielt ønskede kolofonium-fettsyreprodukter, og det er heller ikke avgjørende at slike fraksjoner skilles i enhetene 103 og 104 ved punkter for dampforhold som bringer det spesielle, ønskede produkts konsentrasjon til et maksimum. Hovedformålet her er å frembringe et flertall forskjellig oppbygde mellomfraksjoner, som hver for seg siden kan gjeninnføres i enheten 105 ved et spesielt punkt langs med denne, hvor sammensetningen for de damper som fordampes fra væskefasen i enheten 105 hovedsakelig nøyaktig tilsvarende sammensetningen for den fraskilte fraksjon fra enhetene 103 og 104 som gjeninnføres i dette punkt. Den forhøyede rektifikasjonseffektivitet eller -nøyaktighet, som ifølge oppfinnelsen oppnåes av enhetenes 103, 104 og 105 forende oppsamlings- eller adskillelsesresultater eller -trinn, antas å være oppnådd mere ved det annet trinns rektifikasjon av flere fraksjoner, som innføres i væskedampsystemet i enheten 105 ved det helt riktige punkt, enn ved slike fordeler som på en annen måte henfører seg til nøyaktigheten eller effektiviteten for en spesiell adskillelse eller rektifikasjon i enhetene 103 og 104.

De respektive fraskilte fraksjoner 202-208 fra enhetenes 103 og 104 kondensatorer 161-164 innføres således i den langstrakte,

horisontale, differensial-kondensasjons- og fordampningsenhet lo5, slik som gjennom den øvre differensial-kondensatorflate 158 ved de forskjellige adskilte eller horisontalt med mellomrom anordnede punkter, angitt på fig. 6, idet hver og en av kondensatfraksjonene fra enhetene lo3 og lo4 innføres i enheten lo5 ved det spesielle punkt langs med denne, hvor fraksjonens sammen-setning tilsvarende dampfaseatmosfæren langs dette punkt langs med enheten lo5, hvor hver og en av fraksjonene 2o2-2o8 innføres. Den lavestkokende fraksjon 2o1, som vises i fig. 6, kan fortrinnsvis innføres i enhetens lo5 kondensator 165 heller enn i dens fordampningssone.

Det finnes likeledes en kontinuerlig væskefasestrøm mellom enhetene lo3 og lo4, idet væskeutløpsstrømmen fra enheten lo3 ledes over en ledning 2lo til enhetens lo4 oppströmsinnløp for væskestrøm. Som tidligere forklart med hensyn til enhetene lo1 og lo3 er det i første rekke en hensiktsmessighetsforanstaltning å anordne de separate enheter lo3 og lo4 sammenliknet med formålstjenlig eventuelt å anordne dampstrøm som avbrytes av en rekke forskjellige organer, mens væskefasestrømmen kontinuerlig opprettholdes gjennom alle enhetene lo1, lo3 og lo4.

Vedrørende væskestrømmen gjennom enhetene lo1-lo4 har fordampningsutskillelsen (skjønt kanskje ikke fullstendig rektifikasjon) av fordampbare komponenter fra det opprinnelige, væskeformede råmateriale blitt slik avsluttet i enheten lo4, at den væskeutstrømning fra denne, som bringes til å ströme ut ved nedströmsenden gjennom ledningen 215, kan anses som den ovennevnte bekrest, det være seg denne bekrest kan eller ikke kan ytterligere adskilles eller raffineres eller behandles for fremstilling av sterolfraksjoner etc., og denne væskestrøm bringes til å ströme inn i en bektank 216, fortrinnsvis gjennom en væskelås 217 og et ventil- og strömningsregulerende apparat 218. Væskeutstrømningen fra enheten lo2 (i hvilken sluttfraksjoneringen eller -rektifikasjonen av lette sluttfraksjoner oppnåes) sendes på liknende måte fra enhetens lo2 nedströmsende til oppströmsvæskefasestrømmen langs enheten lo5 ved hjelp av en ledning 22o for å etterlate en del av væskefasefilmen i enheten lo5 for differensial-

fordampning i denne ved forskjellige punkter langs med denne og ved forskjellige damp sammensetninger, i hvilke de tilsvarende kondensatfraksjoner 202-208 innføres. Den væskeformede utstrømning fra enheten lo5 er den ønskede, endelige kolofoniumfraksjon som sendes ut fra enhetens lo5 nedstrømsende gjennom en ledning 225 til en kolofoniumtank 226, fortrinnsvis med en væskelås 227 og et strømningsregulerende eller registrerende apparat 228. Ytterligere rektifikasjon og fraksjonering av hva man kan anse å være hovedsakelig en binær blanding av fettsyrekomponenter og harpikssyrekomponenter som er innført i enheten lo5 fra en mengde forskjellige punkter i prosessen, oppnåes hovedsakelig ved dette, idet en på fettsyrer anriket, kondenserbar fraksjon tas ut fra enhetens lo5 kondensator 165 gjennom en kondensatuttaksledning 230, og en ytterligere lett sluttfraksjon tas ut oventil fra kondensatoren 165 gjennom en ledning 231, hvilken fraksjon skal forenes med andre lette sluttfraksjoner i et samlingsrør 193.

Avhengig av den ønskede endelige rektifikasjon (som ovenfor er nevnt med hensyn til fettsyrekomponenter eller derpå rike fraksjoner) kan den fra kondensatoren 165 eller enheten lo5 gjennom ledningen 230 uttatte fraksjon ytterligere fraksjoneres, rektifiseres eller renses ved at den igjen innføres i enheten lo6, f.eks. ved at den innføres i kondensatoren 166 og danner tilbakestrømmende og kondenserbare fraksjoner på slik måte, at det fremkommer en ytterligere væskefasefilm langs den oppvarmede plate 154 av enheten lo6, hvilken film strømmer nedover i denne fra kondensatorens 166 plass og danner en ytterligere væskeformet, kolofoniumholdig utstrømsfraksjon som samles i en tank 235 ved hjelp av en ledning 236 fra enhetens lo6 nedstrømsende, idet den forutnevnte foretrukne anordning med en væskelås 237 og et strømningsapparat 238 forefinnes. Etter ønske, vist som valgfritt med strekede linjer, kan ytterligere reagerende stoffer, f.eks. fthalsyreanhydrid og/eller maleinsyreanhydrid, etc. innføres i enhetens lo6 horisontale differensial-fordamper- og kondenstorparti for reaksjon i dette i vannfri dampfase med komponentene i enheten lo6 på slik måte, at det ifølge oppfinnelsen frembringes en ytterligere forbedring av sluttproduktet, slik

som ved dannelse av addukter, som hjelper til ved ytterligere fraksjonering av de forskjellige komponenter og/eller hever syretallet, reagerer med fenoler i systemet, etc. slik som det beskrives nedenfor.

Den på fettsyrer ønskede, anrikede, endelige fraksjon skilles av fra kondensatoren 166 i enheten 106 på et egnet punkt langs denne gjennom en ledning 240 og ledes fra denne til en fettsyretank 241, igjen over en væskelås 242 og en strömningmekanisme 243. En destillatfraksjon av lette sluttfraksjoner fjernes også, hvis så er nødvendig, fra overdelen av kondensatoren 166 gjennom en ledning 245 og samles opp med andre lette sluttfraksjoner i samlingsrøret 193. På fig. 3 vises en dryppledning 250, som fortrinnsvis er anordnet for å samle opp kondensat fra vakuumsystemets samlingsrør 178 og føre slike dråper til en tank 251 gjennom en væskelås 252 og en strömningsregulator 253.

Følgende eksempel vil nærmere belyse metoder for kommersiell drift ifølge oppfinnelsen, hvorved den foran beskrevne anordning av apparatet anvendes. Rektifikasjon og fraksjonering gjennomføres generelt etter det følgende under anvendelse av et kommersielt talloljemateriale ved bearbeidningskapasiteter på ca. 1400 kg/time. Talloljeråmaterialet (etter at det har vært utsatt for forbehandlingen i enheten 107, hvor det ble holdt i ca. 8 timer i høyt vakuum og ved 163°C for stabilisering av farve etc.) kan således anses å inneholde (i vektdeler) ca 1560 deler kolofonium, 801 deler fettsyrer, 90 deler lette sluttfraksjoner, 120 deler palmitinsyrefraksjon og 429 deler bek, når det forbehandlede materiale ble innmatet i enheten 101 gjennom tilførselsledningen 120. Ved den angitte behandlingskapasitet på 1400 kg/time ble det i enheten 101 en væskeformet utströmning gjennom ledningen 199, som ble matet inn i oppdelingsenheten 103 som en blanding som inneholder ca. 1380 deler kolofonium, 441 deler fettsyrer og 429 deler bek, mens den dampblanding som ble ført inn i kondensatoren 145 av enheten 101 inneholdt ca. 180 deler kolofonium, 360 deler fettsyrer, 90 deler lette sluttfraksjoner og 120 deler palmitinsyrefraksjon.

Disse damper ble kondensert i kondensatoren 145 og ga ved uttaket

147 en blanding som inneholdt 25 deler kolofonium, 167 deler fettsyrer, 25 deler lette sluttfraksjoner og 33 deler palmitinsyrefraksjon. De senere fraksjoner ble innført i enheten lo2 hvor de ytterligere ble oppdelt i en lett sluttfraksjon ved uttaket 192, hvilken fraksjon inneholdt 6 deler kolofonium, 84 deler fettsyrer, 90 deler lette sluttfraksjoner og 120 deler palmitinsyrefraksjon (hvilken blanding viste et syretall på 145), mens væskeutstrømningen fra enheten lo2 (som ble ledet gjennom ledningen 220 til enheten lo5) inneholdt ca. 174 deler kolofonium og 276 deler fettsyrer.

Den blanding av kolofonium, fettsyrer og bek som ble innført i væskeinnløpet 200 av enheten lo3 ble adskilt i denne i seks kondenserte fraksjoner og en væskeutstrømning. Når væsken forflyttede seg langs etter den oppvarmede plate 151 av enheten lo3, var den dampblanding som ble innført i kondensatorene 161-163, følgende: i kondensatoren 161 ble innført 135 deler kolofonium og 165 deler fettsyrer, i kondensatoren 162 ble innført 216 deler kolofonium og 84 deler fettsyrer og i kondensatoren 163 ble innført 231 deler kolofonium og 69 deler fettsyrer. De kondensatblandinger som ble adskilt og fjernet ved de forskjellige kondensatuttak 201-206 var følgende : ved 201: 30 deler kolofonium og 70 deler fettsyrer; ved 202: 55 deler kolofonium og 45 deler fettsyrer; ved 203: 63 deler kolofonium og 37 deler fettsyrer; ved 204: 105 deler kolofonium og 95 deler fettsyrer; ved 205: 151 deler kolofonium og 39 deler fettsyrer og ved 206: 168 deler kolofonium og 32 deler fettsyrer. Væskeutstrømningen fra enheten lo3, som ble innført i enhetens lo4 væsketilførselsinnløp gjennom ledningen 210, inneholdt ca. 798 deler kolofonium, 123 deler fettsyrer og 429 deler bek.

Behandlingen av differensial fordampning og kondensasjon i enheten lo4 førte til en dampblanding som ble innført i kondensatoren 164, med ca. 777 deler kolofonium og 123 deler fettsyrer, mens 450 deler bek (ved et syretall på ca. 10) ble tatt ut gjennom væskeutløpet 215 fra enheten lo4. De fra kondensatoren 164 fjernede kondensatblandinger inneholdt ved uttaket 207 ca. 108 deler kolofonium og 42 deler fettsyrer og ved uttaket 208 ca. 669 deler kolofonium og 81 deler fettsyrer. De foregående

kondenserte dampfraksjoner 201-208 fra enhetene 103 og 104 sammen med væskeutstrømningen fra enheten 102 ble innført ved de forskjellige langs oppsamlingsenheten 105 viste punkter for fremstilling av en væskeformet harpikssyrefraksjon ved enhetens 105 utløp 225, hvilken fraksjon inneholdt ca. 1401 deler kolofonium og estre, 29 deler fettsyrer og 20 deler uforsåpbare komponenter, mens det fra kondensatoren 165 ved uttaket 230 fjernede fettsyrer-fraksjonskondensat inneholdt ca. 716 deler fettsyrer, 80 deler harpikssyrer og 4 deler uforsåpbare komponenter.

I forklarende hensikt angis nedenfor spesielle synspunkter på hvordan man ifølge oppfinnelsen bestemmer den nøyaktige plassering av innløpene for fraksjonene 201-208 i oppsamlingsenheten 105. Man ønsker at hver og en av disse fraksjoner innføres i differensial-fordamper-kondensatorpartiet eller -fasen av enheten 105 ved et punkt langs med denne, hvor den spesielle inntredende blanding hovedsakelig er den samme som væskefasen ved dette punkt langsetter enheten 105 og i særdeleshet med hensyn til kolofoniuminnholdet hos de forskjellige inntredende fraksjoner. Kondensatet fra uttaket 201 har det laveste kolofoniuminnhold (ca. 30%) og innføres således direkte i kondensatoren 165 sammen med den i den differensial-fordamperen 153 av enheten 105 frembragte dampblanding (f.eks. ca. 0,9 m over den horisontale kondensatorflate 158). Væskeutstrømningen fra enheten 102, som innføres i enheten 105 over ledningen 220, inneholder ca. 38,7% kolofonium og innføres således for praktisk talt umiddelbar fordampning i kondensatoren 165.

Kolofoniummengdene for de gjenstående kondensattilstrømninger 202-208 er omtrent og i fallende ordning 52,5% for 204, 55% for 202, 63,0% for 203, 72,0% for 207 80,0% for 205, 84,0% for 206 og 89,0% for 208. Disse forskjellige blandinger innføres følgende langs enhetens 105 horisontale fordampningskondensator 158, 153 i foregående ordning, hvorved man leser fra kondensatoren 165 mot den motsatte ende av enheten 105 og man anser enhetens horisontale utstrekning på ca. 9,1 m for å være fullstendig tilstrekkelig (skjønt bare i belysende hensikt) for de forskjellige med

mellomrom langsetter denne anordnede innløp. Ledningen 2o4 tilkobles ca. 2,1 m fra kondensatoren 165, innløpet 2o8 ca. 3,4 m fra enhetens 1o5 motsatte ende og de gjenstående ledninger anordnes derimellom i overensstemmelse med blandingenes kolofoniuminnhold. Således er det fullt tilstrekkelig med et 0,6 m's mellomrom mellom enhetene 2o6-2o8, 2o5-2o6 og 2o2-2o4, mens ca. 1,2 m foretrekkes mellom 2o2 og 2o3 og bare ca. 0,3 m mellom 2o3-2o7 og 2o5-2o7.

I fettsyrerensningsenheten 1o6 ble den forannevnte fettsyrefraksjon innført fra kondensatuttaket 23o av enheten 1o5 (og inneholdende ca. 89,5% fettsyrer) til kondensatoren 166 av enheten 1o6, mens et reagerende middel, som inneholder ca. 8o% maleinsyreanhydrid og 2o% fthalsyreanhydrid, fortrinnsvis ble innført ved ledningen 238 for reaksjon i denne. En for endelig oppdeling utsatt, ved ledningen 24o uttatt fettsyrefraksjon inneholdt i virkeligheten alle fettsyrene med en renhet på 99,9%, mens en væskeformet kolofoniumholdig fraksjon ble fjernet ved væskeutløpet 236, og denne fraksjon inneholdt ca. 84 deler materiale, iberegnet 95,6% konsentrerte harpikssyrer og resten uforsåpbart materiale og estre.

Det finnes en rekke forskjellige sluttprodukter (av hvilke hver og en naturligvis er hovedsakelig en blanding), som kan fremstilles fra tallolje ifølge oppfinnelsen, avhengig av driftsforhold, tilsetninger, etc.. Av denne grunn får de her anvendte, spesielle betegnelser på produktfraksjonene ikke anses å være begrensende. Innenfor handelen med tallolje finnes det et antall velkjente klasser eller betegnelser for forskjellige sluttproduktfraksjoner som kan erholdes fra destillasjon av tallolje. F.eks. anses generelt "talloljekolofonium", som kommersiell kvalitet eller produkt, å være en blanding av kolofonium som inneholder høyst 5% fettsyrer, mens "talloljefettsyrer" generelt kan anses som en kommersiell produktblanding av olefiniske fettsyrer, inklusive høyst 5% kolofonium og betegnelsen "destillert tallolje" refererer i alminnelighet til et tredje produkt fra talloljdestillasjon som inneholder en blanding av olefiniske fettsyrer og kolofonium, hvilken blanding har mere enn 5% kolofonium, men som ellers er overveiende fettsyrer.

Generelt sagt kan kolofonium- (eller harpikssyre-) fraksjonen kommersielt utnyttes som en kilde for kolofonium for formål hvor fettsyreforurensning på høyst 5% ikke er sjenerende, mens fettsyreproduktet likeledes kan utnyttes som en kilde for olefiniske fettsyrer for formål hvor forurensning med et tyngere kolofoniummateriale på høyst 5% ikke er sjenerende. Den tredje fraksjon eller mellomfraksjon har sin egen kommersielle anvendelse under forhold hvor relativt rene fettsyrer eller relativt rent kolofonium ikke kreves. I kommersiell henseende er det i alminnelighet økonomiske synspunkter som bestemmer, hvor store anstrengelser eller omkostninger som kan tillates for å nedbringe produksjonen (eller i virkeligheten ytterligere rektifisere eller fraksjonere) av et slikt tredje destillert produkt til et minimum, hvilket produkt i realiteten er en blanding som inneholder alt for meget kolofonium til å være "fettsyre" og alt for meget fettsyre for å kunne anses å være "kolofonium".

Det er et slikt tredje produkt som fjernes fra enhetens lo6 væskeutløp ved ledningen 236. Om et slikt produkt oppfyller spesifikasjonene for "destillert olje" eller "konsentrert kolofonium", etc. avhenger av blandingens sammensetning ved dette punkt, og således i første rekke av driften av enhetene lo5 og lo6 og i særdeleshet av utnyttelsen av et reagerende middel i enheten lo6 gjennom ledningen 238. Under visse markedsforhold eller for visse driftsformål kan man selge det mellomfraksjonsdestillat, som tas ut ved enhetens lo5 ledning 230, som "mellomfettsyre" eller "destillert tallolje", og selge væskeutstrømningen fra enheten lo5 som kommersielt "kolofonium". Alternativt oppnåes en ytterligere rektifikasjon av slik fettsyreblanding i enheten lo6, hvorved et renere fettsyreprodukt blir tilgjengelig ved uttaket 240 og et tredje produkt av kommersiell verdi som en væskeutstrømning gjennom ledningen 236.

De spesielle sammensetninger hos disse produkter fra enheten lo6 kan forandres på en rekke forskjellige viktige måter, som f.eks. utnyttelse av et reagerende middel. D.v.s. slikt materiale som fthalsyreanhydrid, fthalsyre eller andre materialer som reagerer med fenoliske komponenter i blandingen, forbedrer de endelige farveegenskaper hos de gjennom ledningen 240 uttatte fett-

syrematerialer (av hvilke farvegivende materialer flere er fenoliske og ligger innenfor fettsyrenes kokeområde) ved dannelse av høyere kokende produkter, som således fjernes fra den gjennom ledningen 240 uttatte fettsyrefraksjon. På liknende måte reagerer med letthet maleinsyreanhydrid, maleinsyre og liknende kjente reaktive midler, som har en reaksjonsvillig dobbelbinding i en liknende struktur, i vannfri dampfase i enheten 106 for fremstilling av høyere kokende materieler fra komponentene i denne, hvorved fettsyreinholdet i det gjennom ledningen 240 uttatte destillat ytterligere renses.

I den utstrekning produktene for slike reaksjoner i enheten 106 frembringer tyngre eller høyere kokende produkter som skal inngå i væskeutstrømningen gjennom ledningen 236, øker de ikke bare fettsyredestillatets renhet, men også væskeutstrømningens tyngre (eller i det minste ikke-fettsyre) innhold og gir, om så ønskes, fra ledningen 236 et kommersielt produkt kjent som "konsentrert kolofonium", med forhøyet kommersiell verdi for noen anvendelsesformål. En rekke andre kjemiske reaksjoner med de forskjellige i enheten 106 innførte materialkomponenter utføres med letthet og tilstrekkelig i vannfri dampfaseform for ytterligere forandring av den spesielle sammensetning for de ved enheten 106 til slutt fraskilte sluttprodukter, av hvilke hvert og et naturligvis ytterligere kan rektifiseres eller fraksjonerer i etterfølgende trinn, om så ønskes, og på kjent måte.

De forskjellige her angitte opplysende dimensjoner og anordninger henfører seg til talloljedestillasjonseksemplet og får ikke anses å være begrensende eller av almen tilpasning på alle organiske, væskeformede blandinger med hvilke tilfredsstillende resultat kan oppnåes ifølge oppfinnelsen. Mere generelt begrenses bearbeidelseskapasiteten hos hele systemet i første rekke av de første enheters evne til hovedsakelig fullstendig å fjerne alle arter lette sluttfraksjoner og uforsåpbare materialer som finnes i den første innmatning. Lengden og bredden av de forskjellige enheter i hver spesielle destillasjon bestemmes deretter med letthet ifølge oppfinnelsen og naturligvis med hensyn til kjente faktorer innen faget. F.eks. ved hver gitt L-formet enhet er i første rekke bredden av betydning (dessuten naturligvis for strukturelle hensyn for til-

førsel av en enhet i den foretrukne tverrsnittsform ifølge fig. 2) for å sikre tilstrekkelig oppvarmningsareal for fordampning av alle komponenter som man ønsker å fordampe i denne enhet, mens lengden for hver enkelt enhet mere henfører seg til den differensial-fordampning og differensial-kondensasjon som kreves for fremstilling av minst en ren komponent fra en innmatning av en binær blanding.

Slike dimensjoner for bredden kan generelt varieres like fra 0,3 til 2,5 m, skjönt av en rekke forskjellige grunner foretrekkes 1,2-1,8 m. Med disse blandinger av materialer med nærliggende kokepunkter anses generelt en lengde på 5,5-6,1 m (for beskrevet apparatur) å være nødvendig for fjerning av en ren komponent i hver enhet, skjönt lengre eller kortere enheter kan anvendes, alt ettersom forholdene tilsier. Med hensyn til en slik oppdelerrenhet som enheten lo3 kretser de viktigste beregningsnormer omkring spørsmålet om å gjøre enheten tilstrekkelig lang for å få alle fordampbare komponenter i denne hensiktsmessig fordampede og ha for hånden tilstrekkelig med kondensatorer (eller kondensatoruttak) for å oppnå så mange fraksjoner som ønsket. Ettersom man med enheten lo3 i første rekke ønsker fordampning og oppdeling av dampfraksjoner (i stedet for kontinuerlig differensial kondensasjon langs dens horisontale flater), kan det være å foretrekke å isolere enhetens øvre horisontale partier for at man skal forhindre kondensasjon i denne, som ønskes i de andre enheter.

De opprettholdte virkelige temperaturforhold ved de oppvarmede plater kan varieres over vide grenser. Med hensyn til de forskjellige talloljekomponenter i det belysende eksempel kan de olefiniske fettsyrefraksjoner anses å ha kokeområde ved ca. 190°C nivå under disse vakuumforhold, mens kolofonium koker omkring 200°C . Under slike omstendigheter gir temperaturområder som ligger i området ca. $200-320^{\circ}\text{C}$ og fortrinnsvis $265-280^{\circ}\text{C}$ tilfredsstillende resultat, forutsatt at tilstrekkelig kondensatorflate er tilgjengelig hos enheten. Mengden tilført varme pr. tidsenhet (og/eller temperaturforskjellen mellom den oppvarmede plate og kokepunktet for de forskjellige væskeformede blandinger som fordampes derimot) kan naturligvis ha en betydelig innvirkning på fordampningsmengden pr. tidsenhet (og kanskje den foran nevnte skvalpningsseffekt), men tilfredsstillende driftsresultat er blitt oppnådd for tallolje under anvendelse av den beskrevne apparattype i første rekke i ovennevnte temperaturområder.

Den økede rektifikasjon og fraksjonering kan i høy grad tilskrives forholdene for partial fordampning og partial kondensasjon og opprettholdelse av konsentrasjonsgradienter langs de forskjellige horisontale kondensatorflater og/eller i de horisontale strømmende damper. Samtidig og det til og med ved ytterst høye vakuum opprettholder den beskrevne anordning slike konsentrasjonsgradienter i dampstrømmene og uten ikke-ønsket diffusjon eller omblanding av den dampstrøm som ændes horisontalt, mens det også opprettholdes fordelaktige mellomfaseoverføringsforhold vinkelrett mot kondensatorflaten. Skjønt den beskrevne utførelsesform vises for drift ved høyt vakuum, oppnåes også forbedrede resultater ved høyt trykk, kanskje i første rekke på grunn av bidraget av mellomfasemasseeoverføring til totaleffekten. I hvert fall frembringer partial-fordampningen og partial-kondensasjonen ifølge oppfinnelsen fortsatt anrikning av de respektive faser, enten ved ytterst høyt vakuum eller til og med ved atmosfærisk eller høyere trykk, alt ettersom dampstrømmen strømmer parallelt med væskestrømmen og vinkelrett mot retningen for fordampning fra væske til dampfase.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fraksjonering av en væskeformet blanding av organiske stoffer, f.eks. tallolje, kolofonium og lignende, med nærliggende kokepunkter i minst en høyren fraksjon, ved hvilken fremgangsmåte blandingen føres langs en langstrakt bane i en horisontal fordampningssone for gradvis økning av temperaturen for ikke-fordampede komponenter i blandingen, og hvor lavere kokende komponenter fordampes ved sonens ene ende og de lavere kokende komponenter skilles fra høyere kokende komponenter, k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingen kontinuerlig føres inn i en første enhet (103) med en langstrakt horisontal fordampningssone (151) og fordampes i denne slik at en strøm av damp dannes, at strømmen av damper separeres i flere dampfraksjoner med forskjellige innhold av blandingens komponenter, at dampfraksjonene kondenseres, at de erholdte kondensatfraksjonene (201 - 206) føres inn i avstand fra hverandre i en annen enhet (105) med en langstrakt, horisontal fordampningssone (153), at kondensatfraksjonene kontinuerlig bringes til å strømme langsetter fordampningssonen

(153), at de strømmende kondensatfraksjonene kontinuerlig varmes for differensial fordampning av deres komponenter ved successive punkter langsetter fordampningssonen (153) på slik måte at en i hovedsaken kontinuerlig strøm av andre damper dannes, at disse andre damper kontinuerlig bringes til å strømme gjennom en langstrakt, horisontal kondensasjonsone (158) over og i hovedsaken parallell med fordampningssonen (153), at successiv kondensasjon av komponentene i disse andre damper utføres ved successive punkter langsetter kondensasjonssonen (158), alt etter som strømmen av andre damper bringes til å strømme gjennom denne, idet strømmen av andre damper føres i motstrøm mot væskestrømmen inne i fordampningssonen (153), at de kondenserte komponenter fra kondensasjonssonen (158) føres tilbake til fordampningssonen (153) ved punkter i motstrømsretningen til de punkter, ved hvilke de kondenserte komponenter ble fordampet, at de på lavere kokende komponenter rike damper kontinuerlig tas ut fra kondensasjonssonen (158) og at på høytkokende komponenter rik, ikke-fordampet rest (225) kontinuerlig tas ut fra fordampningssonen (153) ved dennes i nedstrømsretningen liggende ende.

2. Fremgangsmåte etter krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at alle soner holdes under høyt vakuum (opp til 2 Torr) under hele forløpet av trinnene for fordampning, kondensasjon og uttagning.

3. Fremgangsmåte etter krav 1 og 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at de på lavere kokende komponenter rike damper (fraksjoner) uttas fra kondensasjonsson (158) ved punkter oppstrøms i forholdet til de punkter, hvor kondensatfraksjonene (201 - 206) innføres.

4. Fremgangsmåte etter kravene 1 - 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at kondensatfraksjonene (201 - 206) innføres i den annen enhet (105) i forutbestemt rekkefølge, idet den på høyere kokende komponenter rikeste kondensatfraksjon tilføres nedstrømsstrømmen av dampstrømmen på slik måte at de lavere kokende fraksjoner innføres nærmest oppstrømsenden av

sonen og at de gjenværende fraksjoner innføres lenger nedstrøms i sonen jo høyere kokepunkt de har.

5. Fremgangsmåte etter de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at minst en av dampfraksjonene differensialt kondenseres i den første enhet (103) på slik måte at minst to underkomponenter (201, 204) dannes, idet den ene av underkomponentene er rikere på lavere kokende stoff enn den andre og underkomponentene innføres i den annen enhet (105) i den respektive rekkefølge for reduksjon av høyt innhold av høyere kokende komponenter.

6. Fremgangsmåte etter krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at alle dampfraksjoner differensialt kondenseres på slik måte at minst to underkomponenter (201, 204; 202, 205; 203, 206) dannes.

7. Fremgangsmåte etter krav 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingen fra enheten (105) består av en kondensatfraksjon av de på lavere kokende komponenter rike damper.

8. Fremgangsmåte etter krav 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingens ikke-fordampede komponent (210) i enheten (103) tas ut ved nedstrømsenden av fordampningssonen (151), at denne komponent ytterligere fordampes i en til enheten (103) tilsluttet tredje enhet (104) med en horisontal, langstrakt fordampningssone (152), at minst en dampfraksjon dannes i denne sone (152), at dampfraksjonen kondenseres og at kondensatfraksjonen (207, 208) innføres i enheten (105).

9. Fremgangsmåte etter kravene 1 - 8, k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingen består av en på høytkokende komponenter rik ikke-fordampet rest (199) som er tatt ut fra en foran den første enhet (103) anordnet fjerde enhet (101) med en langstrakt, horisontal fordampningssone (140) og en langstrakt, horisontal kondensasjonssone (141) over og hovedsakelig parallelt med fordampningssonen (140).

10. Fremgangsmåte etter krav 9, k a r a k t e r i s e r t v e d at damper kontinuerlig tas ut fra fordampningssonens (140) oppstrømsdel og at dampene kondenseres til kondensatfraksjoner (146, 147) som etter kondensasjon ytterligere skilles i sine høyere kokende og lavere kokende komponenter i en til enheten (101) tilsluttet femte enhet (102) med en langstrakt horisontal fordampningssone (150).

11. Fremgangsmåte etter krav 10, k a r a k t e r i s e r t v e d at en på høyere kokende komponenter rik rest (220) fra enheten (102) innføres i oppstrømsdelen av fordampningssonen (153).

12. Fremgangsmåte etter krav 1 hvor de på lavere kokende komponenter rike damper, tatt ut fra kondensasjonssonen, er fettsyredamper, k a r a k t e r i s e r t v e d at disse damper kondenseres i en etter enheten (105) anordnet sjette enhet (106) med en langstrakt, horisontal fordampningssone (154) og en langstrakt, horisontal kondensasjonssone (159).

13. Fremgangsmåte etter kravene 1 - 9 og 12, k a r a k t e r i s e r t v e d at blandingen forvarmes før den føres inn i enheten (103 eller 101).

14. Anordning for gjennomføring av fremgangsmåten ifølge noen av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at anordningen omfatter a) en første enhet (103) for dampfraksjonering, hvilken enhet omfatter et langstrakt, horisontalt anordnet, lukket fordampnings- og kondenseringskar, væskeinnløpsorgan (200) for kontinuerlig innmatning i karet av en væskeformig blanding som skal strøme langs dettes bunn, organ (151) for oppvarming av væsken i karet for utførelse av kontinuerlig, differensial fordampning av fordampbare komponenter i karet for dannelse av en i hovedsaken kontinuerlig strøm av damper, flere kondenseringsorgan (161, 162, 163) i åpen strømningsforbindelse med karet for uttagning og kondensering av dampfraksjoner fra karet; b) en andre enhet (105) for oppsamling av fraksjonene, hvilken enhet inneholder et langstrakt,

horisontalt anordnet, lukket fordampnings- og kondenseringskar for væske, som strømmes gjennom dette, organ (202, 203, 204, 205, 206) for å føre hver og en av kondensatfraksjonene fra kondenseringsorganene (161, 162, 163) til enheten (105) og for innmatning av kondensatfraksjonene ved med mellomrom anordnede forskjellige punkter i karet av enheten (105), organ (153) for varmning av kondensatfraksjonene i enheten (105) for utførelse av suksessiv fordampning av deres komponenter ved suksessive punkter langs karet av enheten (105), organ som i karet av enheten (105) danner en kondenseringsflate (158) ovenfor væsken i dette, for suksessiv kondensasjon av de ved oppvarmingen fordampede komponenter, idet karets indre er i hovedsaken uhindret for horisontal strøm av væsken og de fordampede komponenter og for tilbakeføring av de kondenserte komponenter fra kondenseringsflaten til væskestrømmen, organ (165), som er beliggende ved et punkt i oppstrømsretningen for innmatning av kondensatfraksjonene, for uttagning og kondensering av damper fra enheten (105) og i nedstrømsretning fra innmatningspunktet anordnet utløpsorgan (225) for borttagning av ikke-fordampet væske fra enheten (105).

15. Anordning etter krav 14, k a r a k t e r i s e r t v e d at enhetene (103, 105) er forbundet med evakueringsorgan for opprettholdelse av et høyt vakuum i hele anordningen.

16. Anordning etter krav 14 eller 15, k a r a k t e r i s e r t v e d at væskeinnløpsorganet (200) er tilsluttet til et utløpsorgan (199) for uttagning av en på høyere kokende komponenter rik ikke-fordampet rest fra en fjerde enhet (101), som inneholder et langstrakt, hovedsakelig horisontalt kar for differensial fordampning og kondensasjon av væskeformige komponenter.

17. Anordning etter krav 16, k a r a k t e r i s e r t v e d at enheten (101) har et damputløpsorgan, beliggende i oppstrømsretning fra karets væskestrøm, for uttagning av damper, som er rike på lavere kokende komponenter, og et til damputløpsorganet tilsluttet organ (145) for kondensering av dampene.

18. Anordning etter kravene 14 - 17, k a r a k t e r i s e r t v e d at enheten (103) har et utløpsorgan (210) for uttagning ved nedstrømsenden av karetts væskestrøm av en på høyere kokende komponenter rik ikke-fordampet rest og at dette utløpsorgan (210) er tilsluttet til et innløpsorgan til en tredje enhet (104), som inneholder et langstrakt, horisontalt anordnet, lukket fordampnings- og kondenseringskar, damputløpsorgan, som ligger i nærheten av oppstrømsenden av karetts væskestrøm, i strømningsforbindelse med organ (164) for kondensering av damper, organ (207, 208) i forbindelse med kondenseringsorganet (164) for å føre de kondenserte damper til enheten (105) og utløpsorgan (215) ved nedstrømsenden av karetts væskestrøm for borttagning av en på høyere komponenter rik ikke-fordampet rest.

19. Anordning etter kravene 16 - 18, k a r a k t e r i s e r t v e d at også enhetene (101, 104) er forbundet med evakueringsorganet for opprettholdelse av vakuumet i anordningen.

20. Anordning etter kravene 14 - 19, k a r a k t e r i s e r t v e d at også karene i enhetene (101, 104) inneholder organ for oppvarmning av karenes væskestrøm.

Anførte publikasjoner:

Svensk patent nr. 115.171

U.S. patent nr. 2.724.709 (260-97/6)

Chemical Engineering for 10/2-1958, pp 76-78

122238

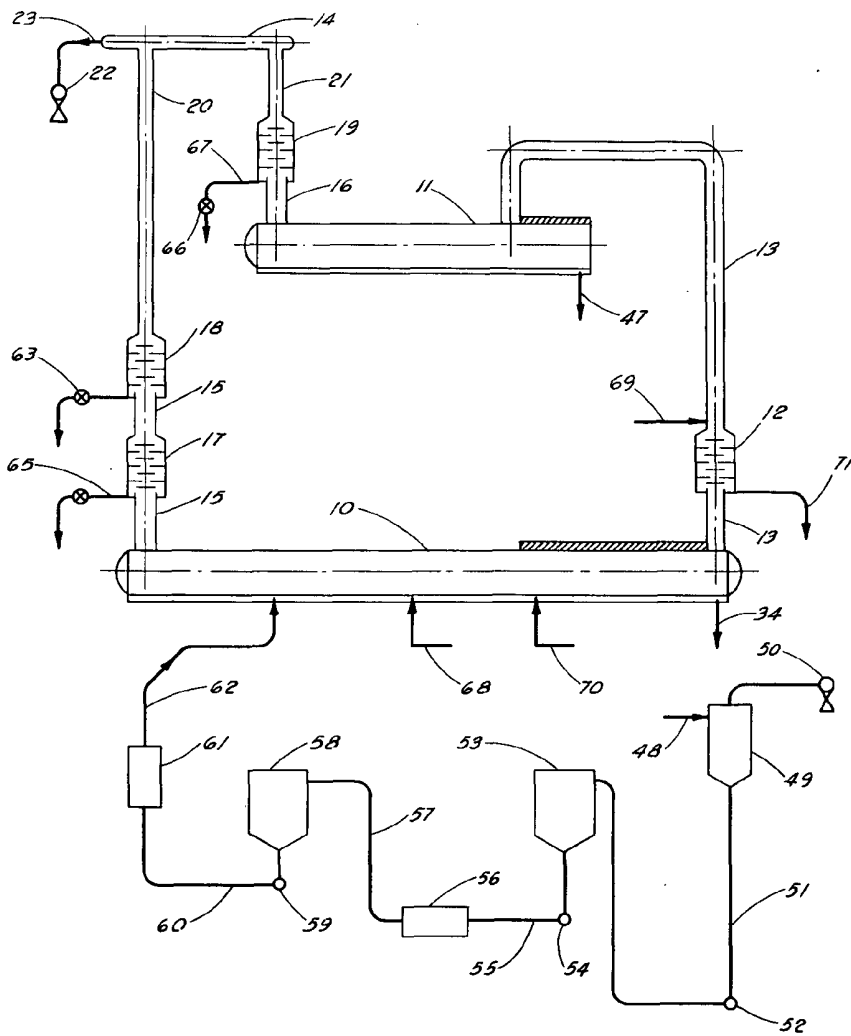


Fig. 1

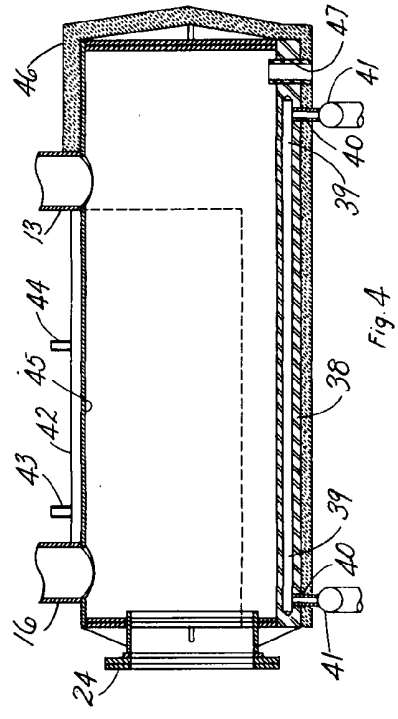
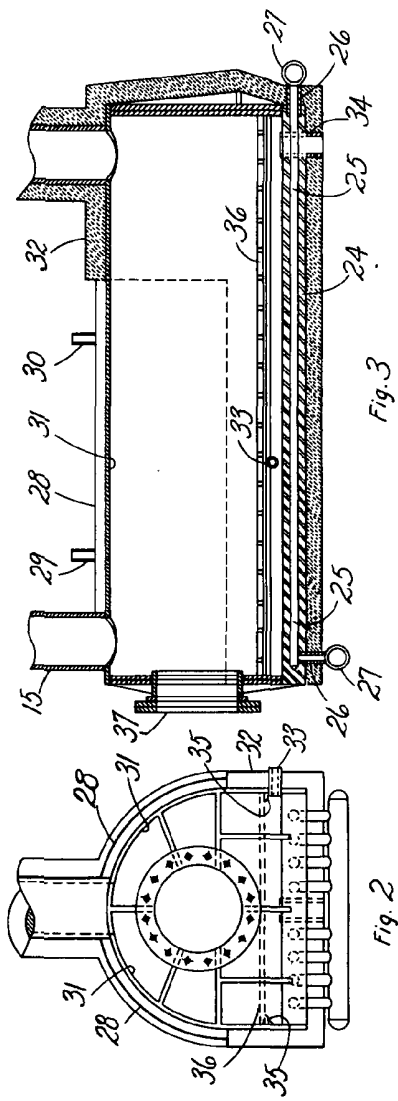
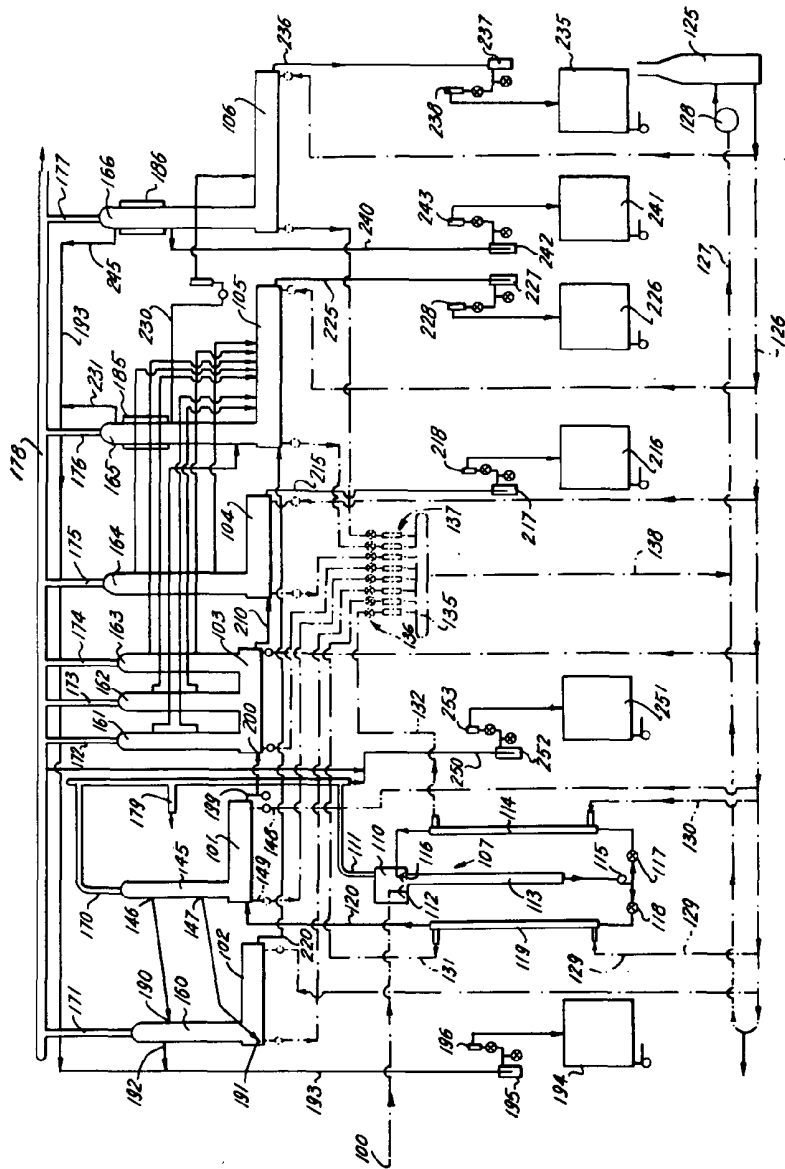


FIG. 5



122238

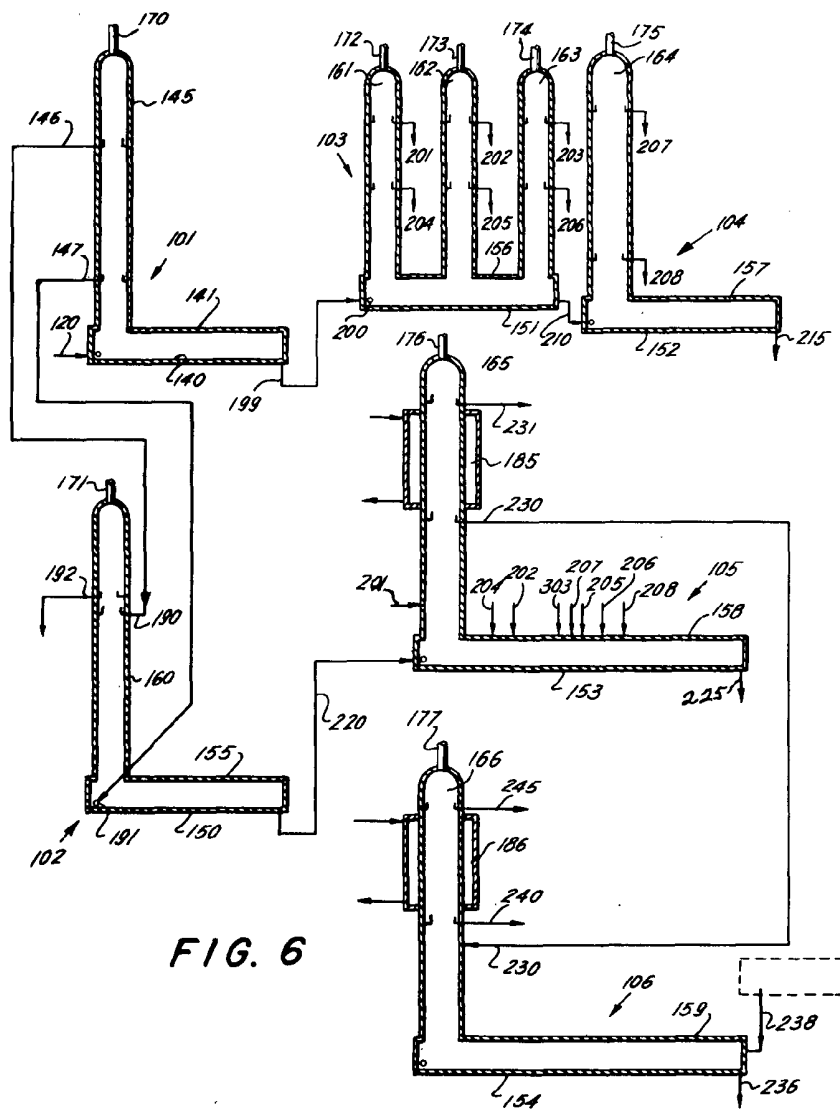


FIG. 6