

Warszawa, 20 sierpnia 1937 r.

2

URZĄD PATENTOWY



B 01 d 43/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25077.

Kl. 12 d, 1/02.

Marian Godlewicz
(Drohobycz, Polska).

Bold 43/00

Sposób rozdzielania produktów technicznych.

Zgłoszono 20 sierpnia 1935 r.

Udzielono 8 czerwca 1937 r.

Wynalazek niniejszy ma na celu rozdzielanie mieszanin, zawierających różne związki chemiczne, na frakcje posiadające różne właściwości chemiczne i fizyczne, i może być zastosowany do surowców, różniących się od węglowodorów.

Produkty techniczne, będące skomplikowaną mieszaniną związków chemicznych, można rozdzielać na frakcje, które zawierają poszczególne składniki, różnymi sposobami, np. przez destylację, krystalizację, przez traktowanie rozpuszczalnikami, przez zastosowanie środków adsorbcyjnych i podobnymi sposobami.

Znane te sposoby nie zawsze dają się w praktyce zastosować, gdyż destylacja może wpływać na materiał destylowany roz-

kładowo; do krystalizacji materiał musi być odpowiednio oczyszczony, podobnie jak do traktowania rozpuszczalnikami, traktowanie zaś środkami adsorpcyjnymi pociąga za sobą duże straty materiału przerabianego.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób przeróbki niżej wymienionych produktów, zawierających związki chemiczne o dużej cząsteczce, na warstwy posiadające różne właściwości. Sposób ten polega na tym, że materiał wyjściowy traktuje się substancjami gazowymi o małej cząsteczce.

Sposób ten może być zastosowany do rozdzielania mieszanin związków chemicznych o dużej cząsteczce, ciekłych albo da-

00123456789
jących się przeprowadzić w stan ciekły przez stapianie albo rozpuszczanie, zwłaszcza mieszanin, różniących się od węglowodorów, np. produktów suchej destylacji drzewa, organicznych substancji zasadowych, organicznych substancji kwaśnych, tłuszczów roślinnych lub zwierzęcych, żywic, estrów, fenoli, alkoholi, związków organicznych zawierających azot, chloropochodnych organicznych, preparatów otrzymanych z organizmów żywych, np. hormonów, względnie jakichkolwiek innych preparatów chemicznych.

Proces niniejszy może być zastosowany do rozdzielania mieszanin, zawierających związki chemiczne, należące do różnych klas substancji, albo do rozdzielania członów szeregów homologicznych względnie do oczyszczania preparatów chemicznych od zanieczyszczeń.

Sposób według wynalazku niniejszego opiera się na spostrzeżeniu, że produkty techniczne mogą być rozdzielone na warstwy, zawierające związki o różnej wielkości cząsteczki i różnej strukturze chemicznej, przez traktowanie materiału wyjściowego w stanie ciekłym za pomocą gazów. Mianowicie stwierdzono, że gazy, rozpuszczając się pod ciśnieniem w przerabianym materiale, powodują obniżenie się jego gęstości, któremu towarzyszy rozdzielanie się, t. j. podział na dwie lub większą liczbę warstw różniących się gęstością, z których lżejsza jest ciekle i zawiera przeważnie związki o małej cząsteczce, podczas gdy warstwa cięższa może być ciekle, półstała lub stała i zawiera związki o dużej cząsteczce.

Warstwy lekka i ciężka, wytworzone przez działanie gazu, mogą być rozdzielone przez odstanienie, dekantację lub odwirowanie.

Sposób niniejszy może być wykonywany w temperaturze otoczenia, aczkolwiek przeróbkę można również stosować w temperaturach leżących w pobliżu lub powyżej

temperatury krytycznej użytego gazu. W przypadku, gdy sposób jest przeprowadzany w temperaturze leżącej poniżej temperatury krytycznej danego gazu, stosuje się ciśnienia nasycenia takie, przy których nie następuje jeszcze skraplanie się użytego gazu.

Do wykonywania wynalazku niniejszego mogą być użyte te wszystkie związki o małej cząsteczce, które są gazami lub dają się w stan gazowy przeprowadzić oraz rozpuszczają się w produktach, które poddaje się frakcjonowaniu. Ze względu na użycie w sposobie niniejszym związków o małej cząsteczce w pobliżu temperatury krytycznej, jest rzeczą pożądaną używanie związków takich, które mają temperatury krytyczne możliwie niskie, np. poniżej 200°C.

Spośród różnych możliwych związków najlepiej nadają się węglowodory alifatyczne, np. metan, etan, etylen, propan, propylen, acetylen, butan i izobutan. Spośród gazów innych, które też nadają się do nasycania mieszanin przerabianych, można stosować wodór, dwutlenek węgla, tlenek węgla, gaz wodny, gaz ziemny, dwutlenek siarki, trójtlenek siarki, amoniak, dwuchloro - dwufluorometan, fluorek metylenu, eter dwumetylowy, metyloetyloeter, dwumetyloaminę, chlorowodór, gazy szlachetne, np. hel. Wymienione gazy nie powinny reagować z przerabianym surowcem chemicznie, proces bowiem rozdzielania według wynalazku niniejszego jest procesem natury fizycznej.

Jak zaznaczono wyżej, produkty techniczne mogą być traktowane za pomocą gazów po rozpuszczeniu w odpowiednim rozpuszczalniku; takim rozpuszczalnikiem mogą być niskowrzące węglowodory alifatyczne, znane jako odczynnik, strącający z mieszaniny węglowodorów ciężkich asfalty, np. propan, propylen, butan i izobutan, butylen, pentany, penteny, heksany, hekseny, benzyny lekkie. Rozpuszczalnik ten może być użyty w celu wstępnego oczy-

szczenia od substancji nierozpuszczalnych, które można oddzielić osobno, a następnie pozostałą ciecz nasycić gazem. Można też zastosować, ewentualnie w połączeniu z powyższymi rozpuszczalnikami, rozpuszczalniki selektywne, np. ciekły SO_2 , dwuchloroetyloeter, krezole, fenol, anilinę, chinolinę, jak również alkohole, etery, ich mieszaniny lub ich roztwory w benzenie.

Pod działaniem rozpuszczonego gazu następuje podział przerabianego materiału na dwie lub większą liczbę warstw stałych lub ciekłych, przy czym warstwa wydzielona ilościowo jest zależna od ilości rozpuszczonego gazu, którą można regulować za pomocą ciśnienia. Okoliczność ta pozwala na rozdzielanie złożonej mieszaniny różnych związków chemicznych na więcej niż dwie frakcje przez stopniowe podwyższenie ciśnienia i oddzielanie po każdym podwyższeniu ciśnienia wydzielonej warstwy nowej. Wprowadzając do przerabianej mieszaniny, ewentualnie rozcieńczonej którymkolwiek z wyżej wymienionych rozpuszczalników, gaz pod pewnym ciśnieniem wydzieli się frakcję ciężką. Po oddzieleniu jej pozostała ciecz nasyci się pod wyższym ciśnieniem tym samym lub innym gazem. Pod tym zwiększonym ciśnieniem następuje dalsze rozpuszczenie się gazu, a tym samym podział na dalsze dwie warstwy. Wydzieloną frakcję oddzieli się, jako frakcję drugą, a pozostała ciecz można nasycić pod ciśnieniem jeszcze wyższym i postępując w ten sposób dalej można rozdzielić materiał przerabiany na dowolną liczbę frakcji.

Rozfrakcjonowanie mieszaniny można uzyskiwać nie tylko przez zmianę ciśnienia lub składu użytego gazu, lecz także przez zmianę temperatury. Mianowicie stwierdzono, że zmieniając temperaturę materiału przerabianego, nasyconego gazem pod ciśnieniem, można wywołać rozdzielenie się mieszaniny na dwie lub większą liczbę warstw. W niektórych przypadkach może

okazać się rzeczą praktyczną zmiana ciśnienia oraz temperatury równocześnie względnie jednego z tych czynników.

W trakcie przeróbki może okazać się rzeczą pożądaną nie tylko zmiana ciśnienia, temperatury lub jakości gazu, lecz także zmiana składu użytego rozpuszczalnika względnie jego ilości.

Produkty, otrzymywane po rozdzieleniu mieszaniny, można poddawać, ewentualnie po usunięciu gazu rozpuszczonego oraz oddestylowaniu rozpuszczalnika, dalszemu uszlachetnianiu za pomocą środków rafinacyjnych, np. za pomocą ziem odbarwiających, kwasu siarkowego, lub też poddawać rozdzieleniu dalszemu przez destylację lub traktowanie za pomocą rozpuszczalników selektywnych.

Przykład I. 700 g teru drzewnego do impregnacji, o ciężarze właściwym 1.0218 w temperaturze 20.7°C , rozpuszczono w 4 litrach mieszaniny propanu z butanem. Nie rozpuściło się 109 g o ciężarze właściwym 1,1074, które oddzielono jako warstwę dolną.

Pozostały górny roztwór nasycono metanem pod ciśnieniem 50 atm, przy czym wydzieliło się 61 g o ciężarze właściwym 1,0718 i liczbie kwasowej 58,4, przy dalszym nasycaniu metanem pod ciśnieniem 70 atm wydzieliło się 78 g o ciężarze właściwym 1,0417 i liczbie kwasowej 26,3. Pozostały roztwór nasycony pod ciśnieniem 100 atm wydzielił dalsze 186 g o ciężarze właściwym 1,0176 i liczbie kwasowej 22,6. Do ciśnienia 130 atm wydzieliło się 79 g o ciężarze właściwym 1,0059 i liczbie kwasowej 15,3, pozostały w roztworze produkt po odpędzeniu rozpuszczalnika wykazał ciężar właściwy 0,9837 oraz liczbę kwasową 10,5.

Przykład II. 131 g oleju kostnego o liczbie kwasowej 118 i liczbie zmydlenia 191 rozpuszczono w 387 g mieszaniny propanu z butanem.

Roztwór ten nasycono gazem ziemnym

pod ciśnieniem 70 atm, przy czym wydzieliło się 64 g produktu o liczbie kwasowej 103 i liczbie zmydlenia 192. Pozostały roztwór nasycono dalej gazem ziemnym pod ciśnieniem 100 atm, przy czym wydzieliło się 43 g produktu o liczbie zmydlenia 196 i liczbie kwasowej 117.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozdzielania produktów technicznych będących mieszaniną związków chemicznych o dużej cząsteczce, różniących się od węglowodorów, na frakcje o różnych właściwościach chemicznych, znamieny tym, że produkty te w stanie ciekłym poddaje się nasycaniu pod ciśnieniem gazami, które nie reagują chemicznie z materiałem przerabianym, ewentualnie w temperaturze bliskiej lub powyżej temperatury krytycznej gazu, użytego w ilości potrzebnej do podziału materiału przerabia-

nego na dwie lub większą liczbę frakcji stałych lub ciekłych, zawierających różne składniki przerabianego produktu technicznego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że przerabiany produkt techniczny rozpuszcza się w jednym lub kilku rozpuszczalnikach, a następnie otrzymany roztwór nasycy się pod ciśnieniem gazem.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że przeróbkę prowadzi się w temperaturach leżących poniżej temperatury krytycznej użytego gazu stosując ciśnienie, przy którym nie zachodzi skraplanie się użytego gazu.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że ciśnienie gazu podwyższa się stopniowo oddzielając warstwy poszczególnych składników, wydzielające się po każdym podniesieniu ciśnienia.

Marian Godlewicz.