

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁵
B01D 3/00

(45) 공고일자 1993년03월06일
(11) 공고번호 93-001592

(21) 출원번호	특1990-0019707	(65) 공개번호	특1991-0011313
(22) 출원일자	1990년12월01일	(43) 공개일자	1991년07월30일
(30) 우선권 주장	140015 1989년12월01일 일본(JP) 10489 1990년02월05일 일본(JP)		
(71) 출원인	시오노기 세이야쿠 가부시끼 가이사 요시토시 카즈오 일본국 오오사까후 오오사까시 츄우오오구 도쇼마치 3초오메 1반 8고		
(72) 발명자	카도노 테쓰로오 일본국 오오사까후 히라카타시 야마노우에 기타마치 30반 3고 오까모토 죠오지 일본국 효오고오겐 코오베시 기타구 와까바다이 1초오메 5반 11고		
(74) 대리인	강동수, 강일우		

심사관 : 홍정표 (책자공보 제3159호)

(54) 로우터리 증류기

요약

내용 없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

로우터리 증류기

[도면의 간단한 설명]

제1도 및 제4도는, 본 발명을 구체화한 로우터리 증류기의 필수적인 부분을 각각 나타내는 개략 횡단면도.

제2도 및 제3도는, 도시된 필수적인 부분을 포함하는 종래의 로우터리 증류기 적용예를 각각 나타내는 개략도.

제5도 및 제6도는, 로우터리 증류기의 다른 실시예를 나타내는 개략횡단면도.

제7도는, 본 발명을 구체화 하는 로우터리 증류기를 집중함에 의해서 구성되는 기체/액체 분리-용매 농축계를 나타내는 개략 개통도.

제8도는, 로우터리 증류기의 또 다른 실시예를 나타내는 개략 횡단면도이다.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

- | | |
|-------------------------------------|--------------|
| 10 : 로우터리 증류기 | 12 : 시료 플라스크 |
| 14 : 상부 개구부 | 16 : 워터 배드 |
| 20 : 조인트 파이프 | 22 : 외부 용기 |
| 23, 25 : 유약처리된 유리재 또는 화학적 불활성 물질의 층 | |
| 24 : 내부용기 | 26 : 저부 끝단부 |
| 28 : 상부 끝단부 | 29 : 볼 뚜껑 |
| 30, 130, 230 : 어댑터 | 32 : 저부 개구부 |
| 33 : 플랜지 | 34 : 박스 너트 |

36 : 링 스프링	38, 50, 52, 54 : 가지 파이프
40 : 상부 개구부	42, 142 : 마개
44 : 중심 파이프	46 : 측면 배출구
56, 156 : 니들밸브	57 : 마개
58 : 링 패킹	60 : 저어널 박스
62 : 구동기어	64 : 환형 패킹
66 : 링 볼트	68 : 워엄
70 : 응축기(나관)	72 : 나관
74 : 상부 개구부	76, 78 : 가지 파이프
80 : 연이어 통하는 볼 조인트	82 : 유연성 관
84 : 전기 히이터	86 : 파이프 라인
90 : 저장용기(비단열성)	100 : 응축기 (디바르용기형)
101 : 내부용기	102 : 외부 용기
104 : 가지 파이프	110 : 용기
132, 232 : 외벽	134, 234 : 내벽
235, 238 : 가지 파이프	240 : 유연성 관
300 : 열 교환 응축기	400 : 회수 용매 용기
500 : 응축액 단열성 저장용기	900 : 동결 방지용매 용기
A : 흡인기	B1, B2 : 볼 조인트
C1, C2, C3, C4, C5, C6, C7 : 콕크	N : 니들 밸브
P : 압력계	TC : 3방향 콕크

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 용액 상태에서 시료를 회수하기 위한 로우터리 증류기에 관한 것이다. 구체적으로는, 시료 용액을 담고있는 플라스크에서 응축기 또는 응축기와 연이어 통하거나 또는 지지하는 어댑터로 용매증기를 도입하도록 마련되는 조인트 파이프의 개량에 관한 것이다.

현재까지 광범위하게 사용되어온 공지된 종래의 로우터리 증류기는 필수적으로 시료 플라스크, 응축기, 및 진공원으로 구성된다. 부가하여, 회수된 용매를 위한 저장용기가 선택으로 포함될 수 있다. 시료 플라스크는 통상 플라스크를 따뜻하게 하기 위한 워터배드내에 담겨져 있는 동안 경사 상태로 회전될 수 있다.

응축기는 플라스크내에서 생성된 용매 증기를 액화하거나 액화된 증기를 트랩하기 위해서 사용되고, 내부압을 감소하는 진공원과 연결된다. 일반적으로, 응축기는 그의 나관이 그를 통하여 이동하는 용매 증기를 냉각하도록 냉각수의 순환을 허용하는 나선형이다. 그러한 응축기는 통상 그의 축이 시료 플라스크의 축과 일치하는 경사상태로 지지된다.

선택적으로, 응축기는 내부 및 외부 용기 사이의 용매증기가 이동하도록 환형 원통형 공간을 구획하는 내부 및 외부 용기로 필수적으로 구성되는 디바르 용기형 일 수 있다.

내부용기는, 내부용기의 바깥면과 접촉하는 용매 증기를 냉각하기 위하여, 필요한 경우에 따라 드라이 아이스 또는 아세톤 등의 냉각제 또는 얼음을 함유한다. 그러나, 디바르 용기형의 경우에는, 응축기는 직립되는 것이 요구되며, 따라서 플라스크 응축기와 직접적으로 연결될 수 없으나, 응축기를 지지하도록 제공되며 상기 언급된 경우와 동일한 방식으로 통상 지지될 수 있는 어댑터를 통하여 콘덴서와 연결될 수 있다. 이러한 구성 형식은 응축기가 분리적으로 착설된다면, 나관 응축기를 위해서도 이용될 수도 있다.

나관 응축기는 그의 상부에 시료액을 보급하기 위한 가지 파이프 및 필요한 경우에 따라서 저부에서 응축액을 배출하기 위한 다른 가지 파이프를 갖는 콕크마개를 더욱 포함할 수 있다. 가지 파이프는 연이어 통하는 볼-조인트를 가질 수 있다.

각 경우에, 시료 플라스크는 베드내에 담겨진 물내에 잠겨진 상태로 경사지게 지지되거나 회전이 가능하게 구동되도록 구동수단(저어널 박스)의 회전 구성요소와 맞물릴 수 있는 조인트 파이프(로우터리 조인트 또는 센터 조인트로서 선택적으로 호칭될 수 있는)를 통하여 응축기 또는 어댑터에 접속되어야 한다. 시료 플라스크로부터의 용매 증기는 냉각되는 동안에 조인트 파이프를 통하여 비교적 긴 유로를 따라서 이동해야 하므로, 조인트 파이프의 사용은 종래의 로우터리 증류기상에 불충분한 효율을 수반하게 되며, 특히 물과 같은 고 비등점 용매를 처리하는 경우에는, 대부분이 시료 플라스크에 되돌아 오도록 응축기 또는 어댑터에 도착하기 전에 액화 및 응축된다.

나관형 및 디바르 용기형 양자의 응축기는 이러한 결정을 갖는다. 증기가, 경사 상태에서 지지되는 나관 응축기의 나관을 통하여 순환하는 물에 의해서 냉각되는 구성에서, 특히 저 비등점 용매를 처

리함에 있어서는, 응축기내의 응축액은 한번 트랩된 액의 상당한 백분비가 재증류되는 높은 온도를 유지한다.

이와 대조하여, 응축액의 온도는 나관 응축기를 포함하는 것과 비교할때 직립한 디바르 용기형 응축기를 구성하는 다른 구성으로 충분하게 저하될 수 있다. 이러한 구성에서, 환형 원통형 통로를 통하여 올라가는 용매 증기는, 상기 외부 면상에 형성되는 이슬로서 액화하도록 이동하는 동안 냉각되고 또한 그의 바닥으로 부터 떨어지도록 함께 응축하는 동안 표면을 따라 하강하도록 얼음 또는 냉각제의 냉각 매체를 함유하는 내부 용기의 외부면과 접촉한다.

그러나, 내부 용기의 바닥과 직접 접촉하는 증기의 부분은, 특히 저 비등점 용매(증류잠열이 적은)의 경우에서는, 충분하게 냉각되지 않고 액화 및 응축하고 외부열을 흡수함에 의해서 곧 다시 증류하도록 회수된 용매를 위한 비 단열 저장 용기로 떨어진다.

따라서, 용매 증기의 국부적 순환(왕복)이 콘덴서와 저장용기 사이에서 발생하고, 그에 의해서 증류 효율의 저하를 초래하고 물등의 고 비등점 용매를 함유하는 시료를 회수하는 데에 어려움이 생긴다. 그러므로 국부적 순환은 용액을 건조되게 한다.

특히, 건조되는 용액이 열적으로 불안정하면, 단시간내에 낮은 온도에서 처리되지 않는다면 분해 및 갈라지기 쉽게 된다. 그러한 온화한 처리 조건은 종래 기술의 어떠한 것에도 발생하는 어려움이 있었다. 종래 장치의 각 경우에서, 응축기 및/또는 어댑터와 관련된 파이프 라인으로 구성된 전체 시스템이 용매의 생 증기로 포화될때, 진공의 저하가 발생한다(진공상태). 그러므로, 증류 효율은 파이프 라인의 내벽상에 형성되는 이슬 방울에 의해서 저하되고, 따라서 응축액 및 재 증류의 복귀 흐름은 저하된다. 더우기, 저 냉각 효율의 응축기와 결합되어 있다면, 용매 증기는 기체 상태내에서 진공 생성수단으로 때때로 보내질 수 있다.

진공발생 수단으로서 폐쇄계내에서 흡인기를 사용하는 경우에는, 순환수와 혼합되도록 실어진 용매가 점차적으로 축적되고, 그에 의해서 단시간내에 흡인기의 능력이 저하하게 된다. 방류식의 흡인기가 사용되면, 환경오염의 심각한 문제의 원인이 된다. 종래의 것들의 상기 설명된 여러가지 결점중의 적어도 하나를 제거할 수 있는 로우터리 증류기가 필요하다.

본 발명의 다른 목적 및 부수적인 장점들은 이하의 상세한 설명을 참조함에 의해서 당업자에게 명백하게 된다.

본 발명에 따르면, 진공 이중관 구조의 조인트 파이프를 포함하는 로우터리 증류기가 마련된다.

유리, 금속 및 플라스틱 재료로부터 선택된 재료중의 어떠한 것도 조인트 파이프를 구성하기 위해 사용될 수 있다. 이중관벽의 내부면, 즉, 진공공간을 대면하는 측면은, 재료가 투명하다면, 온도금되는 것이 바람직하다. 이러한 구성은 충분한 단열 또는 보온 기능을 수행해야 하고, 보다 바람직하게는 충분한 기계적 강도를 가져야 한다. 그러한 구성은 스테인레스 진공 이중관의 내부 파이프내에 유리 파이프를 끼움에 의해서 형성되는 것으로서 예시될 수 있다.

진공 스테인레스 이중관의 내부면은 선택적으로 유리가 끼워지거나 또는 폴리테트라 플루오로 에틸렌으로 코팅될 수 있다 내부면에 부가하여, 이중관의 외부면에도 유리가 끼워지거나 코팅될 수 있다. 스테인레스 스틸의 경우에는, 벽 두께가 0.5mm 만큼 작게 될 수 있고, 따라서 내경은, 실제 크기의 조인트 파이프를 이용가능하게 만들도록 주어진 외경 때문에 불합리하게 작게 될 필요가 없다.

이러한 조인트 파이프는 그의 적용에 있어 다용도를 갖고, 상기 파이프가 결합될 수 있는 기체/액체 분리 장치는 제한이 없다. 이러한 조인트 파이프는 냉각 수 순환 나관 응축기의 응축 수단을 갖는 상기 설명된 종래의 로우터리 증류기의 어떤 것의 내에 형성되는 이슬을 방지하는데에 효과를 나타낼 수 있다.

이러한 조인트 파이프가 공지된 일본국 실용신안등록출원(실개소 62-156,303호 및 실개평 1-120,902호) 및 일본국 실용신안등록출원(실원평 1-101,284호) (이하, "특허문헌"이라 칭함)에 개재된 장치들 중의 하나와 결합된다면, 부수된 문제점을 해결하고 본 발명에서 가장 큰 장점들을 산출하도록 또한 제공될 수 있다.

보다 상세히 설명하면, 상기 조인트 파이프는 그의 저부 끝단부에서, 랩-피트(Lap-fit) 조인트에 의해서 시료 플라스크의 상부 개구부와 접속 가능한 구성을 갖도록 형성된다. 조인트 파이프의 상부 끝단은 그의 내에 느슨하게 수용되도록 콘덴서 또는 어댑터의 바닥 개구부내로 돌출한다.

상부와 저부 끝단 사이의 파이프의 부분은 구동 수단의 회전 구성요소와 맞물림 가능하게 되도록 형성된다. 따라서 그의 내부 통로는 응축기 또는 어댑터와 시료 플라스크를 연결하도록 설계된다. 응축기 또는 어댑터의 바닥 개구부 주위에 형성되는 플랜지는 구동 수단의 고정 구성요소상에 고정된다.

종래의 로우터리 증류기에서는, 냉각수 순환 나관 응축기가 조인트 파이프와 결합되어 사용된다. 그러한 응축기는 통상 그의 상부 끝단에 시료를 보급하기 위한 폐쇄 가능한 가지 파이프를 갖는 콕 마개와 그의 바닥 끝단 주위에 진공 발생 수단 및 그를 통하여 응축액이 배출되는 연이어 통하는 볼 조인트와 연결하기 위한 다른 가지 파이프를 갖는다.

조인트 파이프가 이러한 형의 응축기와 결합되지 않으면, 응축기와 연결하기 위한 어댑터가 사용될 수 있다. 어댑터는 그의 상부 끝단에서, 시료를 보급하기 위한 폐쇄가 지 파이프를 갖는 콕 마개를 또한 갖는다. 그의 바닥 끝단 주위에는, 그의 조인트 파이프 수용부 직접 위쪽에 응축기를 도출하는 제2가지 파이프가 마련되어 있고, 제2가지 파이프에 정반대로 대향하는 위치에는, 그를 통하여 응축액을 배출하기 위한 연이어 통하는 볼 조인트를 갖는 제3가지 파이프가 마련되어 있다.

종래의 로우터리 증류기에서는, 상기 어댑터의 제2가지 파이프는 디바르 용기형의 응축기를 직접적

으로 지지 하도록 제공되었고, 제3가지 파이프는 응축액을 회수하기 위해서 둥근 플라스크의 비 단열형(단일벽) 저장용기와 연결되도록 마련되었다.

그러나, 본 발명의 보다 바람직한 실시예에서는, 상기 어댑터의 제2가지 파이프가, 단열성 또는 보온 유연성관을 통하여, 상기 특허 문헌의 어떤 것에서 개재된 기체/액체 분리장치의 응축기와 연이어 통과하도록 제공된다. 그러한 경우에는, 응축액을 배출하기 위한 제3가지 파이프가 필요없다는 것은 말할필요도 없다.

실시예에서 나타난 형의 응축기 뿐만 아니라 종래의 응축기들중의 하나를 구성하는 장치에서 본 발명을 구체화하는 경우에는, 불활성 기체를 보급하기 위한 니들 밸브를 갖는 부가의 가지 파이프는 응축기 또는 어댑터의 상부 끝단에서 마련될 수 있다.

이는 심하게 비등하기 쉬운 용매의 용도를 방지하기 위한 진공도를 장치에 부여하고 고 비등점 용매의 증류 속도를 향상하도록 가지 파이프에 보급하는 불활성 기체를 통하여 질소 등의 적정량을 보급하기 위한 편리함이 또한 있다. 니들 밸브의 유량은 자유자재로 조절하는 것이 바람직하다. 어댑터는 단열성 또는 보온형으로 만드는 것이 바람직하다. 질소 등의 적정량을 보급하기 위한 편리함이 또한 있다.

니들 밸브의 유량은 자유자재로 조절하는 것이 바람직하다. 어댑터는 단열성 또는 보온형으로 만드는 것이 바람직하다. 이러한 목적을 위해서는, 그의 주요 부분이 유리재료 및 진공 이중벽 구조로 만들 수 있다. 또 다른 방식으로는, 시료 플라스크를 가열하기 위해 사용되는 워터 배드의 온수가, 내벽과 외벽 사이에 형성되는 구멍 공간을 통하여 순환되는 다른 이중벽 구성일 수 있거나, 또는 전기 히이터 등에 의해서 적극적으로 가열될 수 있다. 더우기, 상기 콕크 마개는 그의 내벽면이 은도금된 진공 이중벽 구성의 것이 바람직하다.

본 발명의 진공 이중벽 구성의 조인트 파이프 내부에는, 용매 증기의 이슬 방울은 실질적으로 생성되지 않는다. 특허 문헌의 어느 하나에 기재된 기체/액체 분리 수단의 구성요소로서, 어댑터의 선택된 것과 응축기를 결합함에 의해서 구성된 장치에서는, 용매증기의 이슬은, 어댑터로부터 기체/액체 분리 수단으로 전체의 파이프라인내에서 실질적으로 생성되지 않는다.

그의 상부 개구부가 불활성 기체를 보급하기 위한 가지 파이프 및 시료액을 보급하기 위한 다른 가지 파이프를 갖는 콕크 마개로 폐쇄되는 선택된 어댑터는, 그의 저부에서 본 발명을 실현하는 조인트 파이프를 수용한다. 그것은, 조인트 파이프 수용부 바로 위쪽에, 응축기로 이어지는 제3가지 파이프가 더욱 마련된다.

시료 플라스크내의 진공도의 감소는, 이와 같이 시료 플라스크 및 파이프 라인을 포함하는 전체 장치의 증류 효율에서의 감소를 방지하도록 효율적으로 피해진다. 상술한 바와 같이, 진공 이중관 구성의 조인트 파이프로 구성되는 본 발명의 구체화하는 로우터리 증류기를 채용함에 의해서, 증기로서 조인트 파이프를 따라 시료 플라스크로 상승하는 용매의 어떠한 역류는 실질적으로 발생하지 않는다. 그러므로, 용질의 완전한 건조를 달성하는 것이 가능하다. 그러한 달성에서의 향상은, 용매 증기가 가장 액화 및 응축하기 쉬운 조인트 파이프의 내벽이 단열재로 만들어진 구성에 기인한다.

이것에 부가하여, 단열 또는 보온형의 어댑터가 사용되면, 그 내부에 형성하는 이슬 방울은 생기지 않고, 특히 특허문헌에서 개재된 장치들중의 하나와 결합되면, 용매의 재증류로 인하여 어댑터를 통하여 응축기와 회수 용매 저장기 사이의 용매 증기의 국부적 순환(왕복)을 방지하는 것을 제공한다. 따라서 그것은 증류 효율 및 또는 회수 효율을 향상한다. 더우기, 물 등의 고비등점 용매를 포함하는 시료에서도 극도로 완화된 조건, 즉, 저온도 및 단시간 내에 완전한 건조를 가져올 수 있다.

상기에서 논의된 바와 같이 본 발명은 극도로 높은 열 교환 효율을 갖는 시료 플라스크내에서 생성되는 용매 증기를 액화 및 트랩핑의 능력이 있는 장치로서 실현될 수 있다.

그 장치는, 시료가 저 비등점 용매 및 또는 중독성 또는 가연성 용매를 포함하더라도 고 안정성을 갖고 어떠한 환경 오염도 없이 액화 용매를 분리 및 회수할 수 있다. 이에 부가하여, 본 고안은 그의 적용에 있어서 다양성의 최대한 넓은 범위를 갖는다.

[실시예]

제1도의 횡단면도에서, 본 발명의 전형적인 실시예로서 로우터리 증류기(10)의 어댑터(30)는 관련되는 구성 요소와 함께 나타내고, 통상적인 응축기 또는 어댑터에서 적용의 실시예된 형태는 제2도 및 제3도의 횡단면도에서 개략적으로 나타낸다.

제1도에서, 유리 조인트 파이프(20)는 벽(22) 및 (24) 사이에 형성된 그의 내부 환형 원통형 공간이 파이프(20)를 단열로 만들도록 속이 비워지는 이중관 구성을 형성하는 외부 및 내부벽(22) 및 (24)으로 구성 된다. 비록 매우 얇은 층을 이루는 기술적인 어려움 때문에 도면에는 특별하게 나타내지 않았지만, 조인트 파이프(20)의 이중벽(22) 및 (24)의 내부면은 방사를 방지하도록 은도금된다.

조인트 파이프(20)는, 예를 들면 램-피트 맞물림에 의해서 구동기어(62)와 연결되어 있는 저어널 박스(60)를 관통하므로, 구동 위엄(68)으로부터 회전운동을 받는다. 그리고 조인트 파이프(20)는 0-링의 미끄럼 환형 패킹(64) 또는 유사기능에 의해서 밀폐 상태가 유지된다. 조인트 파이프(20)의 저부 끝단부(26)는 상부 끝단부(28)가 어댑터(30)의 저부 개구부(32) 내부로 돌출하는 동안 램-피트 맞물림에 의해서 시료 플라스크(12)의 상부 개구부(14)와 접속 가능하므로, 상당한 간극을 두고 수용된다.

어댑터(30)의 저부 개구부(32)는 그의 바닥면 이 환형 패킹(64)과 가깝게 접촉하는 플랜지(33)를 갖는다. 플랜지(33) 그 자체는, 저어널 박스(60)와, 링볼트(66) 및 링 스프링(36)내에 조여지는 박스 너트(34)가 마련되는 링 볼트(66)에 의해서, 장치의 부동부분상에 착설되는 저어널 박스(60)에 고정된다. 구동기어(62)는 모터(99)에 의해서 저어널 박스내에 연속기어의 위엄(68)을 통하여 구동된다. 조인트 파이프(20)의 상부 끝단부(28)가 돌출하는 어댑터(30)의 저부 개구부(32) 바로 위쪽으로

는, 제1도의 응축기 외부에 접속되는 가지 파이프(38)가 마련되어 있다.

어댑터(30)의 상부 개구부(40)는 콕크 마개를 통상 닫혀진 형태의 결합으로 형성하도록 램-피트 마개(42)에 의해서 폐쇄된다. 마개(42)는 또한 은 도금된 내부면을 갖는 진공 이중벽 구성의 것으로서 그의 측면부(46)가 개구부(40)의 측면상에 마련되는 가지 파이프(50) 및 (52)중의 하나와 연이어 통할 수 있는 중심 파이프(44)를 갖는다.

용매 또는 불활성 기체를 보급하기 위한 어떠한 파이프도, 비록 이들 옵션이 도면의 명료성을 위하여 도시에서 생략되었지만, 예를 들면, 필요한 경우에 유연성 관을 통하여 중심 파이프(44)의 첨단에 접속될 수 있다.

가지 파이프(52)에는 부가적인 가지 파이프(54)가 마련되지만, 그 통로는 마개(57) 및 링 패킹(58)의 구성으로 된 니들 밸브(56)에 의해서 완전히 폐쇄된 상태에서 조절 가능하게 점검되도록 설계된다.

제2도는 다른 실시예를 나타낸다.

제1실시예에 대응하는 부분 및 구성요소는 동일한 부호 및 표시에 의해서 나타내고, 제1실시예에서 행해진 설명이 유사하게 적용된다.

제1실시예와 이 제2실시예의 차이점 및 특징은 이하로써 기술한다.

제2도에서 개략적으로 나타난 어댑터(30)와 일체로 형성되는 응축기(70)는 현재에 상용되는 것과 대체로 동일한 것이다.

본 고안의 조인트 파이프(20)와 결합되면, 그것은 본 고안을 구체화하도록 사용될 수 있다. 응축기(70)는 통상경사 상태에서 장치의 부동 부분에 의해서 지지되고 냉각수를 순환하기 위한 나관이 함께 마련된다. 응축기(70)의 상부 끝단에서는 제1도의 어댑터(30)의 상부 개구부(40)와 유사한 구성 및 기능을 갖는 개구부(74)가 마련된다. 그의 저부에는, 진공원과 연결하기 위한 가지 파이프(76)와 응축액을 제거 또는 배출하기 위한 다른 가지 파이프(78)가 또한 마련된다. 가지 파이프(78)는, 응축액 저장기(90)와 연결하기 위한 연이어 통하는 볼 조인트(80)를 갖는다.

제3도에 나타난 또 다른 실시예에서, 조인트 파이프는 디바르 용기형의 직립형 응축기(100)와 결합된다.

제1실시예에 대응하는 부분 및 구성요소는 동일한 부호 및 표시에 의해서 나타내고, 제1실시예에서 기술된 것은 유사하게 적용된다.

제1실시예로부터 이러한 제3실시예의 차이 및 특징은 이하와 같다. 콘덴서(100)는 탭-피트 맞물림에 의해서 지지 어댑터(30)의 가지 파이프(38)에서 부분적으로 장치의 부동 부분상에 수직으로 착설된다.

본 실시예에서는, 진공원과 연결하기 위한 가지 파이프(104)가 외부 용기(102)의 상부 끝단의 한쪽 측면상에 마련되는 반면에, 내부용기(101)는 드라이 아이스/아세톤 등의 냉각제를 함유한다. 내부 및 외부 용기(101), (102) 사이에 형성되는 환형 원통형 공간은 용매 증기를 위한 통로로서 제공된다. 응축액을 배출하기 위한 가지 파이프(78)는, 가지 파이프(38)에 대체적으로 정반대로 대향하는 위치에서 어댑터(30) 상에 마련 되므로, 내부용기(101)의 외벽상에 이슬로서 형성되는 액체는 응축액 저장기(90) 내부로 직접 떨어진다.

그 이외의 본 실시예의 상세한 내용은 이미 도시되어 있는 것과 유사하다.

제4도는, 그의 조인트 파이프가 기밀구성의 다른 형태를 갖는 어댑터의 또다른 실시예를 나타낸다. 도시된 조인트 파이프(20)의 상부끝단부(28)는, 회전-미끄럼 가능한 밀봉 조인트를 형성하도록 어댑터(30)의 램 처리된 저부 개구부(32) 상에 질러진 폴리 테트라 플루오로 에틸렌으로 만들어진 볼 뚜껑(29)으로 밀접하게 덮여져 있다.

이러한 기밀 구성은 제1도에서 도시된 실시예의 링 볼트(66)와, 환형 패킹(64)과, 박스 너트(34) 및 링 스프링(36)등의, 어댑터를 고정하기 위한 모든 상기 언급된 구성요소 없이 가능하다. 그러므로, 그 구성은 매우 간결하게 된다.

제5도 및 제6도는, 또 다른 실시예를 나타낸다.

제1실시예에 대응하는 부분 및 구성요소는 동일 부호 및 표시에 의해서 나타내고 제1실시예에서 만들어진 기술은 유사하게 적용된다.

제1실시예와의 차이 및 특징은 이하와 같다.

제5도 및 제6도에 나타난 실시예에서 비교적 큰 크기의 어댑터(130) 및 (230)는 저 비등점 용매를 처리 하는 경우에서 발생할 수 있는 요동을 방지하기 위해 효과적인 완충 공간으로써 제공되도록 하기 위해서 공통으로 사용된다.

부가하여, 분리적으로 위치된 콘덴서 및 진공원과 완충공간을 연결하기 위한 유연성 관(82)에는 전기 히이터(84)가 마련된다. 이러한 방식으로, 용매 증기의 온도의 저하가 효과적으로 방지됨에 따라서 통로에서 형성되는 이슬이 응축기로 떨어지는 일은 실질적으로 없다. 이중, 제5도에서 나타난 어댑터(130)는 이중벽(132) 및 (134)의 내부 은도금 단열 진공 구성의 것이고, 콕크 마개의 마개(142)의 첨단상에 니들 밸브(156)를 갖는다.

한편, 제6도에서 나타난 어댑터(230)는 이중벽 구성의 외부 및 내부벽(232) 및 (234)과 2개의 가지 파이프(236) 및 (238)를 구성하는 재킷을 갖는다. 워터배드(16)내의 온수는, 파이프 라인(240) 및 어댑터 (230) 내부에 용매증기의 온도의 저하를 방지하도록 벽(232) 및 (234) 사이에 형성된 구성의

공간을 통하여 순환되도록 펌프(242)에 의해서 퍼올려 진다.

제7도는, 조합된 구성요소와 함께 본 발명을 실현하는 로우터리 증류기(10)를 결합함에 의해서 구성되는 기체/액체 분리 및 또는 용매 회수계의 실시예를 나타내는 개략 흐름도이다. 이러한 계에서는, 로우터리 증류기(10)로부터의 용매 증기가 액화 및 응축되기 위한 열 교환 응축기(300)내에 도입되고, 응축된 용매는 내부 은도금된 진공 단열 구조의 응축액 저장용기(500)내에 회수된다. 발생한 용매 증기는 용매의 물리화학적 성질에 따라 선택되는 3-방향 콕크(TC)의 형태에 각각 대응하는 볼 조인트(B1) 또는 (B2)중의 어느 하나를 통하여 열 교환 콘덴서(300)의 상부 또는 응축액 단열성 저장용기(500)의 쇼울더 중의 하나에 도출된다. 작동을 위해 선택되지 않는 볼 조인트는 압력계(P) 및 콕크(C1)를 통하여 흡인기(A)에 연결된다.

3방향 콕크(TC)는 없어도 좋으며, 똑같은 작동은 로우터리 증류기(10)로부터 선택된 볼 조인트(B1) 및 (B2)중의 하나에 파이프 라인을 수동으로 스위칭함에 의해서, 그리고 흡인기(A)로 파이프 라인(86)에 선택되지 않은 것을 연결함에 의해서 수행될 수 있다.

응축액 저장기(500)로부터의 파이프 라인(86)은 콕크(C2)를 통하여 동결 방지 용매 용기(900)와 연결되거나 또는 콕크(C3)를 통하여 회수 용매 용기(400)와 연결되도록 구성된다. 동결되기 쉬운 용매를 회수하는 경우에는, 응축액 저장용기(500)의 내부의 압력은 콕크(C2)의 일시적인 연결상태의 형태를 만듦에 의해서 실제 작동에 앞서서 응축액 저장용기(500)내에 적은 양의 동결 방지 용매를 도입하도록 감소된다.

응축액 저장용기(500)내의 용매는, 응축액 저장용기(500) 내부의 것보다 더 낮은 회수 용매 용기(400) 내부의 압력을 유지하는 콕크(C3)를 개방함에 의해서 회수 용매 용기(400)로 전달될 수 있다. 회수 용매 용기(40)내에 일시적으로 저장되는 용매는 계에서 이동되기 위하여 콕크(C4)를 통하여 임의의 용기(110)에 전달된다. 회수 용매용기(400)의 상부에는, 대기 및 흡인기(A)에 각각 연결되는 2개의 콕크(C5) 및 (C6)가 마련되어 있다. 압력계(P)와 콕크(C1) 사이에는, 콕크(C7) 및 전체계의 압력을 조정하도록 제공되는 니들 밸브(N)가 마련되어 있다.

흡인기(A)는 물론, 어떠한 진공 발생수단, 예를 들면 진공펌프에 의해서 대응될 수 있다.

이하 언급된 표는 용매 회수 실험의 일련의 결과를 요약한다.

본 발명을 구체화하는 제7도의 로우터리 증류기를 구성하는 용액 회수계에서, 어떠한 용질도 함유하지 않은 용매의 제거하에 실험이 이루어졌다. 용질의 함은 물 이외의 용매 200ml와 물 100이다.

[표]

장 치	용 매	용매 종류 조건			회 수 용 매		비 고
		배드온도 (℃)	진공도 (mm/Hg)	증류시간(분) (min.)	회수온도 (℃)	용매율 (%)	
발 명 대 조	디에틸 에테르	20	100	3.2	-46.5	100.0	증기 입구 : 상
		20	100	6.0	-11.5	80.3	
발 명 대 조	아세톤	30	47	5.0	-49.7	100.0	증기 입구 : 상
		30	67	6.5	-14.2	69.2	
발 명 대 조	클로로 포름	30	60	6.0	-0.9	100.0	증기 입구 : 하
		30	67	6.2	1.8	95.1	
발 명 대 조	메탄올	30	21	10.5	-4.1	100.0	증기 입구 : 하
		30	37	12.0	-2.0	95.4	
발 명 대 조	물	60	33	19.0	16.5	—	유로상에 형성되는 이슬 없음
		60	33	21.0	28.5	—	

실험에서, 도오교오 리카 가부시끼가이샤제(조인트 파이프의 명목상의 직경 : 29/32, 실질 직경 : 20mm)의 "로우터리 진공 증류기 N4"는 냉각제로서 드라이 아이스를 채움에 의해서 그 자체로서 제어 장치로 사용 되었다. 본 발명의 장치는 제7도를 참조하여 논의된 방식 후에 구성되는 액체 회수계였다.

제1도에서 도시된 바와같이 10mm의 실질 내경의 진공 이중관의 조인트 파이프를 수용하는 어댑터는 실개평 1-120,902호 내에 개재된 콘덴서와 결합하여 사용된다. 대조 및 본 발명의 장치 양자는 상기 기술 실험을 통하여 증류기의 구동 수단을 위한 조정기 내에 다이얼의 "8"로 고정시킨다. 단열 파이프는 본 발명 장치의 구성요소를 연결하는데에 사용된다. 특히, 증류수의 경우에는, 파이프가 전기로 가열된다. 상수 방류식의 흡인기(수온 : 20℃)가 진공원으로서 사용되었다. 아세톤 및 클로로포름의 제거로 얻을 수 있는 최대 진공도가 21mmHg이라도, 진공도는 요동을 방지하기 위하여 47mmHg 및 60mmHg로 각각 조정된다. 상기 표에 의해서 나타내는 용매 회수율의 향상은, 얼핏 볼때, 사소하게 보인다.

그러나 대조 장치에 의해서 얻어지는 것으로 부터의 회수율에 있어서의 이들 미세한 차이는 용이하게 달성할 수 없는 것으로서, 폐쇄 흡인계에서는 큰 의미를 갖는다.

즉, 비록 그양이 매우 적더라도, 용매는 단 기간내에 흡인기의 용량을 저하하고 그내에 축적하도록 흡인기를 통하여 순환수와 혼합된다. 한편, 상기 표에서 요약된 결과로 부터 선행단계에서의 회수 효율에서 현저한 향상을 나타내도록 물을 제외한 회수된 용매의 온도는 크게 저하되는 것이 인정된다.

그러나 물의 경우에는, 개선된 내용이 숫자로 명확하게 나타나지 않는다. 그 이유는, 본 발명장치

의 조인트 파이프의 내경이 대조장치(20mm)의 단지 1/2(절반)인 10mm이었거나, 또는, 본 발명장치의 조인트 파이프의 횡단면 부분이 대조 장치의 단지 1/4이었기 때문이다. 그러므로, 이러한 좁은 통로에서는 증가되는 유로 저항이 발생한다. 따라서 증가되는 유로 저항은 증류 효율에서의 향상을 가능하게 상쇄할 수 있음을 부인할 수 없다.

상기 실험은 최대 수정된 로우터리 증류기를 현재 이용 가능하게 사용함에 의해서 수행되었으므로, 본 고안의 조인트 파이프가 맞물려 있는 구동 수단의 회전 구성요소의 크기는 크게 제한될 수 있다. 따라서, 비록 전체 증류 효율에서 어떠한 명확한 개선이 얻어질 수 없었더라도, 본 발명은 처음으로 용질로부터 용매를 완전하게 제거하는데에 성공하였다. 그 기능은 대조 장치에 의해서는 불가능한 것으로 지금까지 생각 되어 왔었다.

제8도에서 도시된 또 다른 실시예에서는, 조인트 파이프(20)가 유리 라이닝의 층(23) 및 (25)으로 덮혀진 스테인레스 스틸로 만들어진다. 이러한 경우에서는, 내부 은도금 층이 불필요하게 될 수 있고 내구성은 많이 향상되었다.

상기 언급된 바에서 처럼, 본 발명은 극도로 다양화된 방식으로 수행될 수 있고 그의 장점은 극대화된다.

상기 기술이 비 제한된 실시예의 방식에 의해 주어졌다는 것은 명확하다. 첨부된 특허청구의 범위를 벗어남없이 변동 및 수정이 가능하다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

진공 이중관 구조의 조인트 파이프(20) 및 상기 조인트 파이프(20)의 축 주위로 경사진 상태의 상기 축을 회전하기 위한 회전수단(62), (68), (99)으로 구성되는 로우터리 증류기.

청구항 2

제1항에 있어서, 진공 이중관 구조의 상기 조인트 파이프(20)는 유리체로 만들어지고, 상기 진공공간에 대면하는 상기 파이프의 내부가 은도금되는 로우터리 증류기.

청구항 3

제1항에 있어서, 진공 이중관 구조의 상기 조인트 파이프(20)는 스테인레스 스틸로 만들어지고, 유리관이 상기 이중관의 내부관 내에 끼워지는 로우터리 증류기.

청구항 4

제1항에 있어서, 진공 이중관 구조의 상기 조인트 파이프(20)는 스테인레스 스틸로 만들어지고, 완전히 유리(23), (25)가 끼워지는 로우터리 증류기.

청구항 5

제1항에 있어서, 진공 이중관 구조의 상기 조인트 파이프(20)는 스테인레스 스틸로 만들어지고 화학적으로 불활성인 물질의 층(23), (25)으로 완전히 코팅되는 로우터리 증류기.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 화학적으로 불활성인 물질이 폴리테트라 플루오로 에틸렌인 로우터리 증류기.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 조인트 파이프(20)는 그의 저부 끝단부(26)에서 시료 플라스크(12)의 상부 개구부(14)와 접속가능하고, 중간부분에서 구동 수단(60)의 회전 구성요소(62)와 맞물림 가능하며, 상부 끝단부(28)에서 이들 세 구성요소와 연이어 통하는 공통 내부 공간을 만들도록 콘덴서(70) 또는 어댑터(30)의 저부 개구부(32) 내로 돌출 가능한 방식으로 구성되는 것을 특징으로 하는 로우터리 증류기.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 응축기(70) 또는 어댑터(30)의 상기 저부 개구부(32)는 상기 구동 수단(60)의 고정 부분에 고정되는 플렌지를 갖는 로우터리 증류기.

청구항 9

제7항에 있어서, 상기 조인트 파이프(20)의 상기 상부 끝단부(28)는 저 마찰제로 만들어진 볼뚜껑(29)으로 밀착되어 덮이며, 상기 응축기(70) 또는 어댑터(30)의 저부 개구부(32)는 상기 볼 뚜껑(29)과 밀폐 결합을 형성하도록 랩 마무리되는 것을 특징으로 하는 로우터리 증류기.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 볼 뚜껑(29)은 폴리테트라 플루오로 에틸렌으로 만들어진 로우터리 증류기.

청구항 11

제8항에 있어서, 상기 응축기(70)는, 그의 내부 공간내에 냉각수를 순환하기 위한 나관(72)을 가지며, 그의 상부 끝단부(74)에서, 불활성 기체를 보급하기 위한 니들 밸브를 갖춘 가지 파이프 및 시료액을 보급하기 위한 다른 가지 파이프인 2개의 가지 파이프와 각각 연이어 통하는 2개의 측면 배

출구를 갖는 마개(42)를 가지는 콕크 마개를 가지며 그의 저부 끝단부에서, 진공원과 연결하기 위한 가지 파이프 및 응축액을 배출하기 위한 다른 가지 파이프인 2개의 가지 파이프를 갖는 것을 특징으로 하는 로우터리 증류기.

청구항 12

제8항에 있어서, 상기 어댑터(30)는, 불활성 기체를 보급하기 위한 니들 밸브(56)를 갖춘 가지 파이프(52) 및 시료액을 보급하기 위한 다른 가지 파이프(50)인 2개의 가지 파이프(50), (52)와 각각 연이어 통하는 2개의 측면 배출구를 갖는 마개(42)를 가지는 콕크 마개와 폐쇄되는 상부 개구부(40) 및 상기 조인트 파이프(20)의 상부 끝단부(28)가 수용되는 그의 저부 끝단부(32)의 주위에서, 응축기에 도출하는 가지 파이프(38)를 갖는 것을 특징으로 하는 로우터리 증류기.

청구항 13

제8항에 있어서, 상기 어댑터(30)는, 응축기로 상기 가지 파이프(38)와 정반대로 대향하는 위치에서, 상기 어댑터(30)를 응축액 저장용기(90)와 연결하기 위한 연이어 통하는 볼 조인트(80)를 갖춘 가지 파이프(78)를 더욱 포함하는 로우터리 증류기.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 어댑터(30)의 주요 부분이 유리재 및 단열 이중벽 진공 구조로 된 로우터리 증류기.

청구항 15

제13항에 있어서, 상기 어댑터(30)의 주요 부분이 이중벽 구조이고 시료 플라스크(12)를 가열하기 위한 온수가 상기 이중벽(232), (234) 사이에 형성되는 공간을 통하여 순환되는 것을 특징으로 하는 로우터리 증류기.

청구항 16

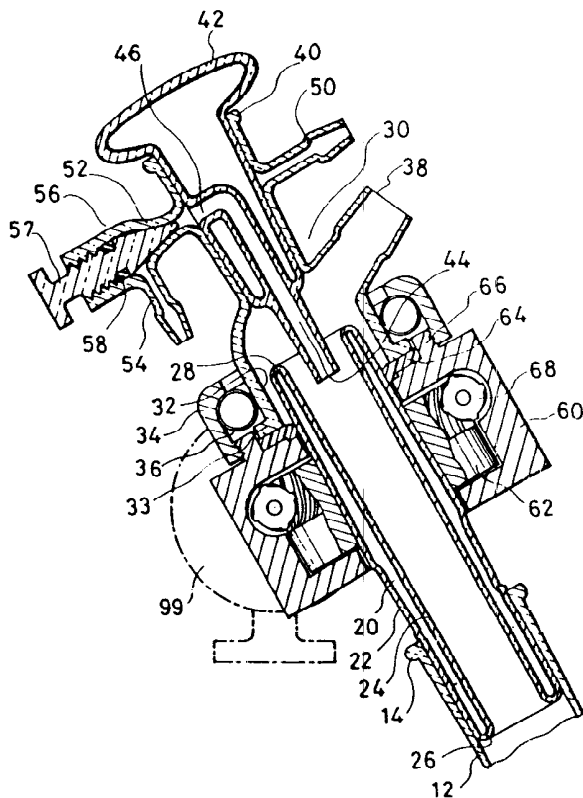
제13항에 있어서, 상기 어댑터(30)의 주요 부분이 전기 히터에 의해서 가열될 수 있는 로우터리 증류기.

청구항 17

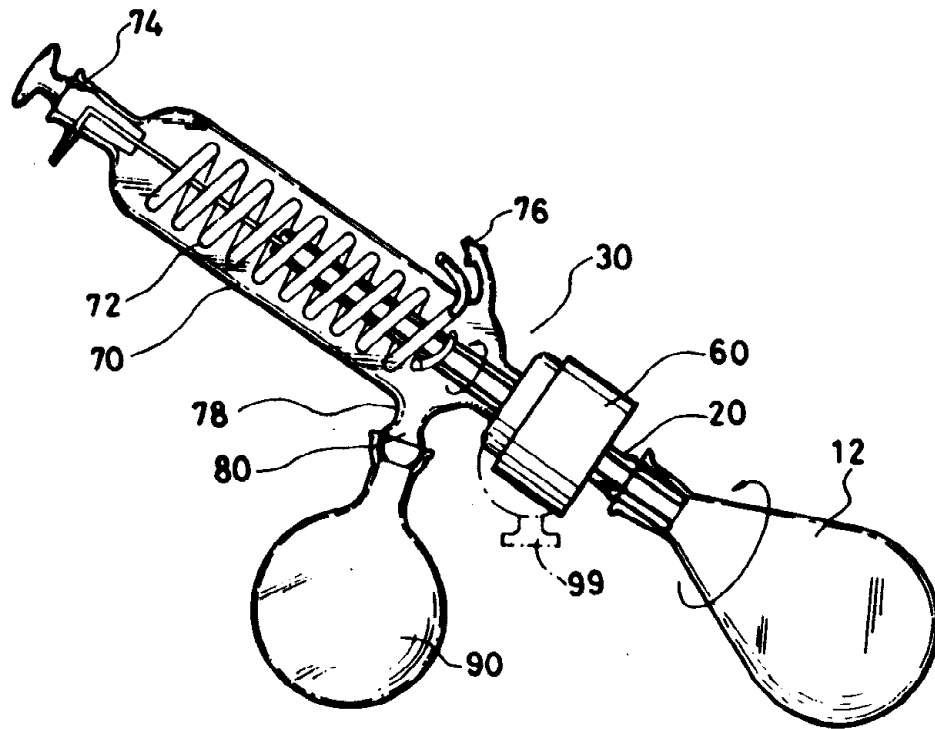
제8항에 있어서, 상기 콕크 마개에 상기 마개(42)가 단열 이중벽 진공 구조의 것인 로우터리 증류기.

도면

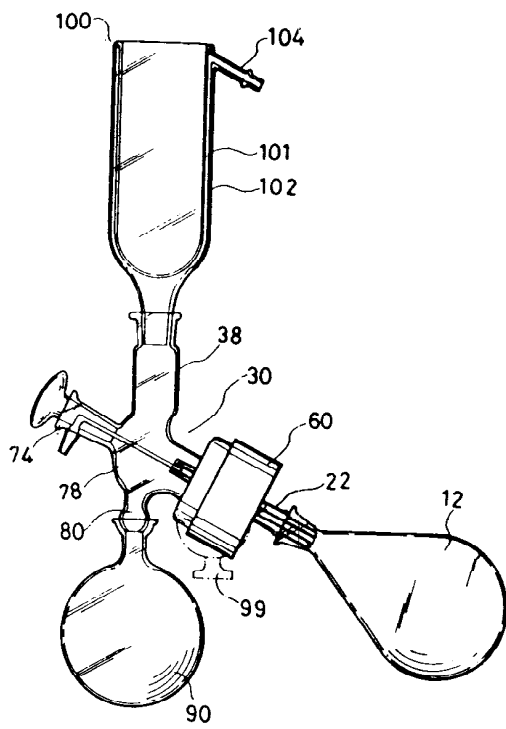
도면1



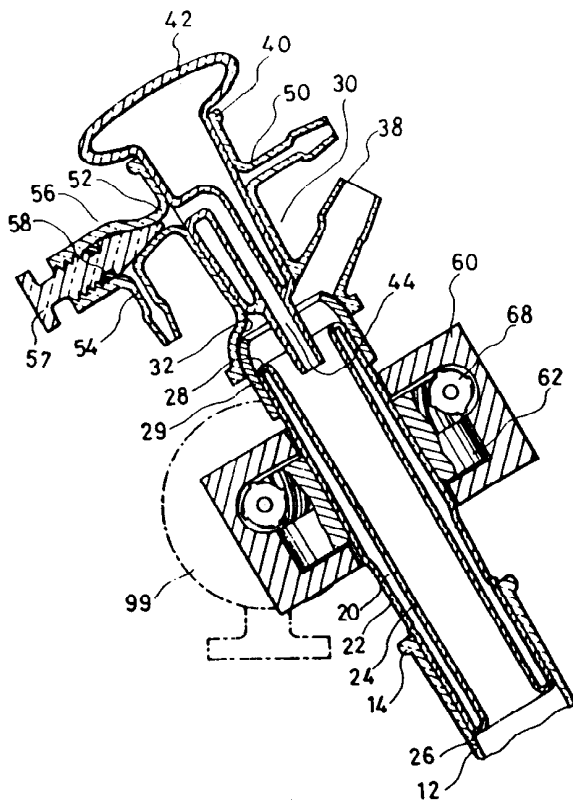
도면2



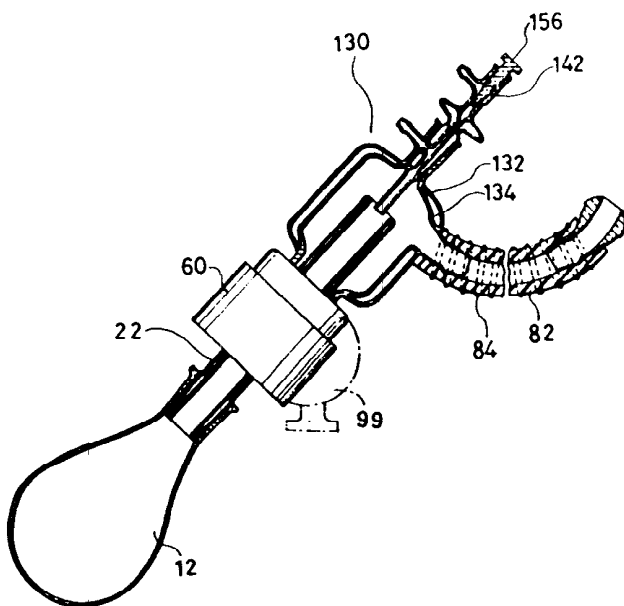
도면3



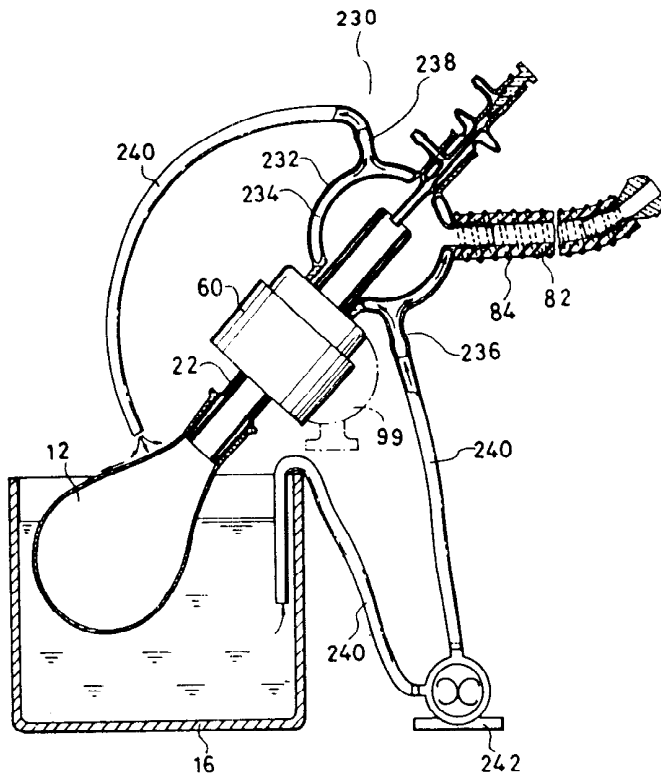
도면4



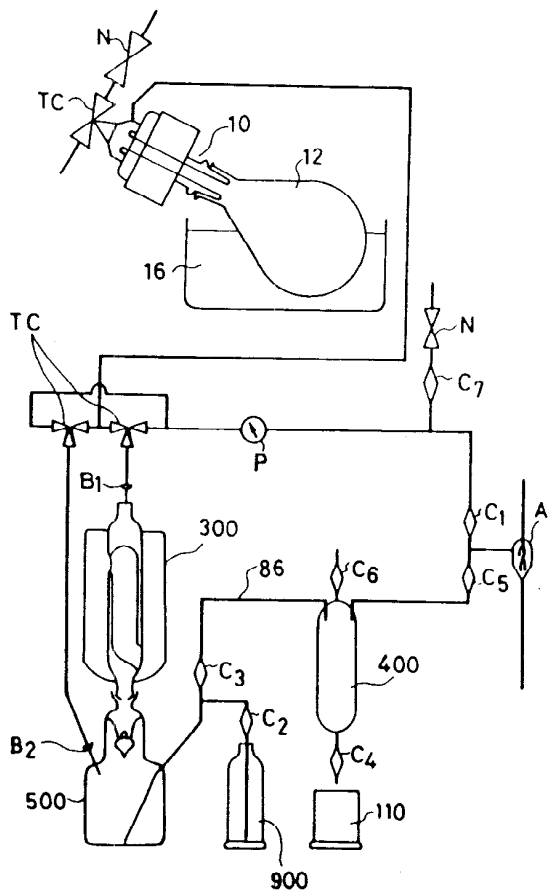
도면5



도면6



도면7



도면8

