

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 115 232

Patent dodatkowy
do patentu —

Zgłoszono: 28.07.78 (P. 208705)

Pierwszeństwo: 29.07.77 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 02.07.79

Opis patentowy opublikowano: 30.10.1982

Int. Cl.³. C07C 121/32

CZYTELNIJA

Urzędu Patentowego
P. O. Box 100000 (Warszawa)

Twórca wynalazku: —

Uprawniony z patentu: The Standard Oil Company,
Cleveland (Stany Zjednoczone Ameryki)

Sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu otrzymywanego w procesie amonoutleniania propylenu lub izobutyleny.

Z opisów patentowych St. Zjedn. Ameryki, na przykład nr nr 3433882, 3399120, 3535849 i 3936360, znane są sposoby odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu i metakrylonitrylu otrzymanych przez amonoutlenianie propylenu lub izobutyleny. Strumień gazowy opuszczający reaktor amonoutleniania najpierw kontaktuje się bezpośrednio z cieczą chłodzącą w celu ochłodzenia i usunięcia zeń znacznej ilości tworzących się podczas reakcji zanieczyszczeń, takich jak polimery, a następnie ochłodzony strumień gazowy przesyła się zwykle do wieży myjącej lub do absorbera, w których gaz styka się z wodą. Odciek z absorbera, zawierający różne nitryle, wodę i trochę zanieczyszczeń, przesyła się do kolumny destylacyjnej. Do destylacji ekstrakcyjnej odcieku stosuje się wodę jako rozpuszczalnik i z kolumny otrzymuje się jako frakcję górną strumień oparów akrylonitrylu. Zgodnie ze sposobem znanym z opisu patentowego St. Zjedn. Ameryki nr 3399120 odciek z kolumny do destylacji ekstrakcyjnej można następnie skierować do drugiej kolumny odpędowej. Frakcję górną z tej kolumny stanowi acetonitryl z niewielką ilością wody, a odciek zawiera wodę i zanieczyszczenia. Alternatywną metodą odzyskiwania, znaną również z cytowanego opisu patentowego, jest odprowadzanie z kolumny do destylacji ekstrakcyjnej strumienia bocznego, zawierającego głównie acetonitryl i wodę, i przesyłanie go do mniejszej kolumny odpędowej, z której acetonitryl odprowadza się jako frakcję górną, a jako frakcję dolną otrzymuje się ciecz zawierającą głównie wodę, zwracaną do kolumny do destylacji ekstrakcyjnej. Stosując tę metodę odzysku otrzymuje się odciek z kolumny do destylacji ekstrakcyjnej złożony głównie z wody i zanieczyszczeń ze śladami acetonitrylu.

Ciepło potrzebne do przeprowadzenia operacji odzysku dostarcza się do dolnych części kolumny destylacji ekstrakcyjnej i kolumny odpędowej. Niestety ciepło to, dostarczane zwykle za pomocą pośredniego wymiennika ciepła, reboilera, powoduje polimeryzację zanieczyszczeń znajdujących się we współpracujących kolumnach.

Usuwanie zanieczyszczeń z odcieków tych kolumn jest zarówno trudne, jak i kosztowne. Zawartość ciał stałych w odcieku jest na skutek polimeryzacji tak duża, że uniemożliwia zwykłą obróbkę, której poddawane są ścieki. Ponadto ilość tych cieczy jest olbrzymia, a więc konieczne jest stosowanie specjalnych, dużych urządzeń.

Przykładowo, z niemieckiego opisu patentowego nr 050722 znana jest metoda oczyszczania tak zanieczyszczonej wody, polegająca na zastosowaniu oddzielnej kolumny destylacyjnej i dużej ilości pary, która służy do odparowania wody, aby zmniejszyć w ten sposób rozmiary specjalnych urządzeń stosowanych do obróbki ścieków.

Sposób według wynalazku jest doskonałą metodą zmniejszania objętości tych kłopotliwych strumieni cieczy, wymagającą przy tym niewielkich nakładów inwestycyjnych i małych kosztów operacyjnych.

Stwierdzono, że sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu, wytwarzanego w reakcji amonoutleniania propylenu lub izobutyleny tlenem cząsteczkowym i amoniakiem, w obecności katalizatorów amonoutleniania, polegający na (a) kontaktowaniu odcieku z reaktora amonoutleniania, zawierającego akrylonitryl lub metakrylonitryl, acetonitryl i zanieczyszczenia, z wodną cieczą chłodzącą w układzie chłodzącym w celu otrzymania ochłodzonego odcieku gazowego, (b) absorbowaniu w wodzie ochłodzonego odcieku gazowego w celu otrzymania roztworu wodnego, (c) wprowadzaniu otrzymanego roztworu wodnego na pośrednią półkę pierwszej wielopółkowej kolumny destylacyjnej, do której w celu przeprowadzenia wodnej destylacji ekstrakcyjnej od góry doprowadzana jest woda jako rozpuszczalnik, natomiast odprowadzane są z góry pierwszej kolumny, jako frakcja górna, strumień oparów akrylonitrylu lub metakrylonitrylu z pewną ilością wody, a z dołu pierwszej kolumny, jako odciek, strumień cieczy zawierającej acetonitryl, zanieczyszczenia i wodę, (d) wprowadzaniu co najmniej części cieczy stanowiącej odciek z pierwszej kolumny do drugiej kolumny, w której przeprowadzana jest destylacja w celu odprowadzenia z góry drugiej kolumny, jako frakcji górnej, drugiego strumienia oparów acetonitrylu i wody, a z dołu drugiej kolumny, jako odcieku, drugiego strumienia cieczy zawierającej wodę i zanieczyszczenia i (e) wprowadzaniu do układu chłodzącego w etapie (a), jako wodnej cieczy chłodzącej, co najmniej części drugiego strumienia odcieku, może być usprawniony, jeżeli strumień oparów odprowadza się z dolnej ćwiartki drugiej kolumny.

W innym wykonaniu sposób według wynalazku może być dodatkowo przedstawiony jako sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu, wytwarzanego w reakcji amonoutleniania propylenu lub izobutyleny tlenem cząsteczkowym i amoniakiem, w obecności katalizatorów amonoutleniania, polegający na (a) kontaktowaniu odcieku z reaktora amonoutleniania, zawierającego akrylonitryl i lub metakrylonitryl, acetonitryl i zanieczyszczenia, z wodną cieczą chłodzącą w układzie chłodzącym, w celu otrzymania ochłodzonego odcieku gazowego, (b) absorbowaniu w wodzie ochłodzonego odcieku gazowego w celu otrzymania roztworu wodnego, (c) wprowadzaniu otrzymanego roztworu wodnego na pośrednią półkę wielopółkowej kolumny destylacyjnej, do której w celu przeprowadzenia wodnej destylacji ekstrakcyjnej od góry doprowadzana jest woda jako rozpuszczalnik, natomiast odprowadzane są z góry kolumny, jako frakcja górna, strumień oparów akrylonitrylu lub metakrylonitrylu z pewną ilością wody, a z dołu kolumny, jako odciek, strumień cieczy zawierający wodę i zanieczyszczenia, (d) odprowadzaniu pierwszego strumienia bocznego z dolnej połowy kolumny, w celu odzyskania acetonitrylu i (e) wprowadzaniu do układu chłodzącego jako cieczy chłodzącej, co najmniej części odcieku z kolumny, może być usprawniony, jeżeli strumień oparów zawierających wodę odprowadza się z dolnej ćwiartki kolumny.

Gazowy odciek z reaktora, zwykle o temperaturze 371–482°C, najpierw przesyła się do układu chłodzącego w celu usunięcia nadmiaru amoniaku, polimerów i cięższych zanieczyszczeń wytworzonych podczas reakcji oraz w celu ochłodzenia gazu odpływającego z reaktora. Jako ciecz chłodzącą stosuje się zwykle wodę z dodatkiem kwasu siarkowego. Gaz z reaktora opuszcza układ chłodzący w temperaturze 32–110°C. Z układu chłodzącego odpływa odciek zawierający wodę, kwas, polimery i inne zanieczyszczenia. Strumień odcieku jest trudny do oczyszczania, ponieważ z powodu dużej ilości zawartych w nim ciał stałych i innych zanieczyszczeń, nie można go skierować do urządzenia do ożywiania osadu lub do basenu biooczyszczalni. Typowymi metodami obróbki były poprzednio głębokie wtryskiwanie lub spoielanie. Jak wspomniano omawiając stan techniki, w celu obniżenia rozmiarów tego strumienia stosowano inne metody, takie jak użycie dodatkowej kolumny destylacyjnej. Celem sposobu według wynalazku jest zmniejszenie rozmiarów strumienia odcieku z urządzenia chłodzącego, a zatem obniżenie kosztów oczyszczania.

Po schłodzeniu w układzie chłodzącym, gazowy odciek z reaktora przesyła się z kolei do absorbera lub kolumny myjącej, gdzie gazy stykają się z wodą. Akrylonitryl lub metakrylonitryl, acetonitryl i pewne zanieczyszczenia zostają zaabsorbowane w wodzie. Taki roztwór wodny odprowadzany jest z dna kolumny myjącej. Nie zaabsorbowane gazy usuwane są jako strumień gazów z góry kolumny myjącej.

Roztwór wodny z dna absorbera przesyła się następnie do dalszej przeróbki w celu odzyskania akrylonitrylu i acetonitrylu. Przeróbkę tę wykonuje się zwykle jednym z dwóch sposobów.

Pierwszy z nich polega na tym, że roztwór wodny przesyła się do kolumny destylacji ekstrakcyjnej, posiadającej zwykle 60–120 półek. Wodę rozpuszczalnikową wprowadza się do kolumny od góry, dzięki czemu

przepływa ona w przeciwnym kierunku do roztworu zasilającego. Ciepło doprowadza się do dna kolumny, zwykle przy użyciu pośredniego wymiennika ciepła. Z wierzchołka kolumny, jako strumień oparów, usuwa się akrylonitryl i HCN. Strumień ten przechodzi do dalszej przeróbki mającej na celu oczyszczenie akrylonitrylu. Acetonitryl, wodę i zanieczyszczenia usuwa się z dna kolumny destylacji ekstrakcyjnej i przesyła się do kolumny odpędowej. W kolumnie odpędowej do oddzielania acetonitrylu od wody używa się dużych ilości ciepła. Acetonitryl odprowadza się z kolumny odpędowej jako górny strumień oparów, natomiast strumień odcieku zawierający wodę i zanieczyszczenia usuwa się z kolumny odpędowej i stosuje się jako ciecz chłodzącą w układzie chłodzącym.

Duże ilości ciepła potrzebne do odpędzania acetonitrylu z roztworu wodnego mają również niepożądany wpływ polimeryzując pewne zanieczyszczenia. Polimeryzacja ta powoduje wielkie trudności przy oczyszczaniu tego strumienia dennego.

Sposób według wynalazku znacznie zmniejsza rozmiary strumienia odcieku, gdyż zgodnie ze sposobem według wynalazku z dolnej ćwiartki kolumny odpędowej usuwa się strumień oparów, złożonych głównie z wody z bardzo niewielką, o ile w ogóle obecną, domieszką acetonitrylu lub zanieczyszczeń. Po skropleniu strumienia oparów nie ma w nim ciał stałych i dzięki temu może być doprowadzany w celu dalszej obróbki do takich układów oczyszczających jak urządzenie do ożywiania osadu lub basen biooczyszczalni. Strumień odcieku z kolumny odpędowej o znacznie mniejszych rozmiarach przesyła się następnie, jak opisano poprzednio, do kolumny chłodzącej.

Korzystne jest odprowadzanie strumienia oparów poniżej pierwszej półki kolumny, jednak zgodnie ze sposobem według wynalazku strumień ten może być pobierany z jakiegokolwiek miejsca w dolnej ćwiartce kolumny.

Jeżeli z kolumny usuwa się ciecz jako zawrót do recyrkulacji w kolumnie do ekstrakcyjnej destylacji akrylonitrylu, to strumień oparów powinien być odprowadzany z kolumny poniżej punktu, z którego odpływa strumień cieczy.

Druga metoda oczyszczania roztworu wodnego z absorbera polega na przepuszczaniu tego roztworu do jakiegokolwiek innej kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Kolumna ta, podobnie do opisanej poprzednio, usuwa strumień boczny zawierający acetonitryl, z dolnej połowy tej kolumny. Strumień boczny przesyłany jest do znacznie mniejszej kolumny odpędowej, posiadającej zwykle 20–30 półek. Jako frakcja górna usuwany jest acetonitryl, natomiast odciek jest zwracany do kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Odciek z tej modyfikowanej kolumny destylacji ekstrakcyjnej jest podobny do odcieku wychodzącego z kolumny odpędowej, omówionego powyżej. Sposób według wynalazku może być również stosowany w tej metodzie odzyskiwania przez usuwanie strumienia oparów z dolnej ćwiartki kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Postępowanie to jest korzystne, ponieważ znacznie obniża objętość strumienia dennego.

Figury 1 i 2 na rysunku ilustrują schematycznie sposób według wynalazku zastosowany do akrylonitrylu, przedstawiając dwie metody odzyskiwania.

Na figurze 1 gaz opuszczający reaktor, zawierający akrylonitryl, HCN, acetonitryl, parę wodną i zanieczyszczenia, doprowadzany jest początkowo przewodem 100 do kolumny chłodzącej 102, w której styka się z cieczą chłodzącą 130. Odciek z kolumny zawierający wodę i zanieczyszczenia usuwa się przewodem 106 i przesyła do oczyszczalni ścieków.

Ochłodzony gaz z reaktora opuszcza układ chłodzący przewodem 108 i przepływa jako zasilanie do absorbera 110, do którego od góry, przewodem 112 wchodzi woda myjąca. Nie skroplone gazy usuwa się z absorbera przewodem 114, a roztwór wodny zawierający wodę, akrylonitryl, acetonitryl i zanieczyszczenia usuwany jest jako odciek przewodem 116 i przesyłany jest do kolumny destylacji ekstrakcyjnej 118.

Wodę rozpuszczalnikową wprowadza się na wierzchołek kolumny 118 przewodem 120 w celu przeprowadzenia destylacji ekstrakcyjnej. Akrylonitryl i HCN usuwa się jako górną frakcję oparów przewodem 122 i przesyła się do dalszego oczyszczania, nie pokazanego na schemacie. Odciek zawierający acetonitryl i wodę usuwa się przewodem 124 i przesyła do kolumny odpędowej 126, do której doprowadza się ciepło w celu usunięcia acetonitrylu jako górnej frakcji oparów przez przewód 128. Odciek zawierający wodę, polimery i inne zanieczyszczenia usuwa się przewodem 130 i przesyła się na powrót do układu chłodzącego. Strumień oparów usuwany jest przewodem 132 tuż pod pierwszą półką kolumny. Strumień ten, zawierający głównie wodę, można następnie skroplić i skierować do zwykłego urządzenia do obróbki ścieków, takiego jak urządzenie do ożywiania osadu lub basen biooczyszczalni. Usunięcie tego strumienia znacznie zmniejsza ilość wody odpływającej z dna kolumny odpędowej.

Dodatkowo, strumień cieczy można usuwać z dolnej połowy kolumny odpędowej przewodem 120 i stosować tę ciecz jako wodę rozpuszczalnikową dla kolumny do destylacji ekstrakcyjnej.

Figura 2 przedstawia drugie urządzenie do wykonywania sposobu według wynalazku. Roztwór wodny z absorbera 110 przesyła się przewodem 116 do modyfikowanej kolumny destylacji ekstrakcyjnej 150. Woda rozpuszczalnikowa doprowadzana jest od góry kolumny przewodem 152 aby zaabsorbować acetonitryl. Akrylonitryl i HCN usuwane są jako opary przewodem 154, natomiast ciekły strumień zawierający acetonitryl i wodę usuwa się z dolnej połowy kolumny przewodem 158 i przesyła się do małej kolumny odpędowej 160. Acetonitryl odpływa z tej kolumny jako frakcja górna przewodem 162. Strumień cieczy zawierającej głównie wodę usuwa się z dna kolumny 160 przewodem 164 i zawraca się do kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Zgodnie ze sposobem według wynalazku strumień oparów jest usuwany poniżej pierwszej półki kolumny destylacyjnej przewodem 166 i skraplany w skraplaczu 168. Strumień po skropleniu, zawierający głównie wodę, przesyła się przewodem 170 do opisanej wyżej oczyszczalni ścieków.

Strumień odcieku zawierający wodę, polimery i zanieczyszczenia usuwa się przewodem 156 i przesyła ponownie do układu chłodniczego. Ponadto ciekły strumień można odprowadzać z półek najbliższych dna i zawracać do kolumny destylacji ekstrakcyjnej przewodem 152 jako wodę rozpuszczalnikową.

Przykład porównawczy A i przykład I. Proces odzyskiwania akrylonitrylu przeprowadzano zasadniczo w urządzeniu przedstawionym schematycznie na fig. 2 na rysunku. W przykładzie porównawczym A całość odcieku z kolumny destylacji ekstrakcyjnej przesyłano do układu chłodzącego. Przykład I przeprowadzono tak samo jak przykład porównawczy A, z tym wyjątkiem, że strumień oparów usuwano poniżej pierwszej półki kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Ilość tego strumienia oparów była równa 45% wagowych w stosunku do całego odcieku z przykładu porównawczego A. Na skutek odprowadzania oparów ilość ciepła potrzebna do przeprowadzenia destylacji była wyższa o 12%. W tablicy podano procentową zawartość polimeru w różnych strumieniach otrzymanych w obu przykładach.

T a b l i c a

Wpływ usuwania oparów na stężenie polimeru

	% wagowy polimeru		
	odprowadzone opary	odciek z kolumny	odciek z kolumny chłodzącej
Przykład porównawczy A	—	1,5	10
Przykład I	0,1	2,75	24,4

Jak widać z cyfr podanych w tablicy strumień oparów usuwanych z kolumny destylacyjnej zawiera bardzo małą ilość polimeru. Efekty stosowania sposobu według wynalazku są wyraźnie widoczne w olbrzymim wzroście stężenia polimeru w odcieku z układu chłodzącego. Stężenie to jest dwukrotnie wyższe na skutek stosowania wynalazku. Ponadto objętość odcieku z układu chłodzącego zmniejsza się o około 60%. Tak więc otrzymuje się znacznie mniejszy strumień o znacznie wyższym stężeniu polimeru, co ma tę zaletę, że znacznie obniża koszt i ułatwia dalszą likwidację tego strumienia.

Ilość oparów usuwanych przy stosowaniu sposobu według wynalazku odpowiada ilości odcieków z kolumny. Ilość usuwanych oparów może stanowić 10–70% wagowych strumienia odcieku otrzymywanego zanim usuwano opary. Jednak korzystne jest usuwanie 30–50% wagowych, ponieważ zapewnia uwolnienie odpowiedniej ilości wody dla układu chłodzącego.

Jak wspomniano poprzednio strumień oparów można skraplać i ze względu na bardzo niewielką zawartość polimeru kierować do zwykłego systemu oczyszczającego, takiego jak basen biooczyszczalni lub urządzenie do ożywania osadu.

Stosowanie sposobu według wynalazku poważnie obniża ilość odcieku z układu chłodzącego, który trzeba oczyszczać, jak również podwyższa w nim stężenie polimeru, co powoduje, że obróbka tych ścieków jest daleko bardziej ekonomiczna i może być prowadzona w aparaturze o mniejszych rozmiarach.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu, wytwarzanego w reakcji amonoutleniania propylenu lub izobutylenu tlenem cząsteczkowym i amoniakiem, w obecności katalizatorów amonoutleniania przez (a) kontaktowanie odcieku z reaktora amonoutleniania, zawierającego akrylonitryl lub metakrylonitryl, acetonitryl i zanieczyszczenia, z wodną cieczą chłodzącą w układzie chłodzącym, (b) absorbowanie w wodzie gazowego odcieku ochłodzonego w układzie chłodzącym, (c) wprowadzanie otrzymanego roztworu wodnego na pośrednią półkę wielopółkowej kolumny destylacyjnej, do której dla przeprowadzenia wodnej destylacji ekstrakcyjnej doprowadzana jest woda jako rozpuszczalnik, natomiast odprowadzane są z góry kolumny, jako frakcja górna, strumień oparów akrylonitrylu lub metakrylonitrylu z pewną ilością wody, a z dołu kolumny, jako odciek, strumień cieczy zawierającej wodę i zanieczyszczenia, (d) odprowadzanie pierwszego strumienia bocznego z dolnej połowy kolumny dla odzyskania acetonitrylu i (e) wprowadzanie do układu chłodzącego jako cieczy chłodzącej, co najmniej części odcieku z kolumny, z n a m i e n n y t y m , że z dolnej ćwiartki kolumny odprowadza się strumień oparów zawierających wodę.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że strumień oparów odprowadza się poniżej pierwszej półki kolumny.

3. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m , że strumień oparów skrapla się po odprowadzeniu z kolumny.

4. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m , że z dolnej ćwiartki kolumny odprowadza się drugi strumień cieczy, którą stosuje się jako rozpuszczalnik wodny w tej kolumnie.

5. Sposób według zastrz. 4, z n a m i e n n y t y m , że odprowadza się strumień oparów w ilości 10–70% wagowych drugiego strumienia cieczy stanowiącej odciek z etapu (d).

6. Sposób według zastrz. 4, z n a m i e n n y t y m , że odprowadza się strumień oparów w ilości 30–50% wagowych drugiego strumienia cieczy stanowiącej odciek z etapu (d).

7. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że odprowadza się strumień oparów w ilości 10–70% wagowych ciekłego odcieku z etapu (c).

8. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że odprowadza się strumień oparów w ilości 30–50% wagowych drugiego strumienia cieczy stanowiącej odciek z etapu (c).

9. Sposób odzyskiwania i oczyszczania akrylonitrylu lub metakrylonitrylu, wytwarzanego w reakcji amonoutleniania propylenu lub izobutylenu tlenem cząsteczkowym i amoniakiem, w obecności katalizatorów amonoutleniania przez (a) kontaktowanie odcieku z reaktora amonoutleniania, zawierającego akrylonitryl lub metakrylonitryl, acetonitryl i zanieczyszczenia, z wodną cieczą chłodzącą w układzie chłodzącym, (b) absorbowaniu w wodzie gazowego odcieku ochłodzonego w układzie chłodzącym, (c) wprowadzanie otrzymanego roztworu wodnego na pośrednią półkę pierwszej wielopółkowej kolumny destylacyjnej, do której dla przeprowadzenia wodnej destylacji ekstrakcyjnej od góry doprowadzana jest woda jako rozpuszczalnik, natomiast odprowadzane są z góry pierwszej kolumny, jako frakcja górna, strumień oparów akrylonitrylu lub metakrylonitrylu z pewną ilością wody, a z dołu pierwszej kolumny, jako odciek, strumień cieczy zawierającej acetonitryl, zanieczyszczenia i wodę, (d) wprowadzenie co najmniej części cieczy stanowiącej odciek z pierwszej kolumny destylacyjnej do drugiej kolumny, w której przeprowadzana jest destylacja dla odprowadzenia z góry drugiej kolumny, jako frakcji górnej, drugiego strumienia oparów acetonitrylu i wody, a z dołu drugiej kolumny, jako odcieku, drugiego strumienia cieczy zawierającej wodę i zanieczyszczenia i (e) wprowadzanie do układu chłodzącego w etapie (a), jako wodnej cieczy chłodzącej, co najmniej części drugiego strumienia odcieku, z n a m i e n n y t y m , że z dolnej ćwiartki drugiej kolumny odprowadza się strumień oparów.

10. Sposób według zastrz. 9, z n a m i e n n y t y m , że strumień oparów odprowadza się poniżej pierwszej półki drugiej kolumny.

11. Sposób według zastrz. 10, z n a m i e n n y t y m , że strumień oparów skrapla się po odprowadzaniu z drugiej kolumny.

12. Sposób według zastrz. 10, z n a m i e n n y t y m , że z dolnej ćwiartki drugiej kolumny odprowadza się strumień cieczy, którą stosuje się jako rozpuszczalnik wodny w pierwszej kolumnie w etapie (a).

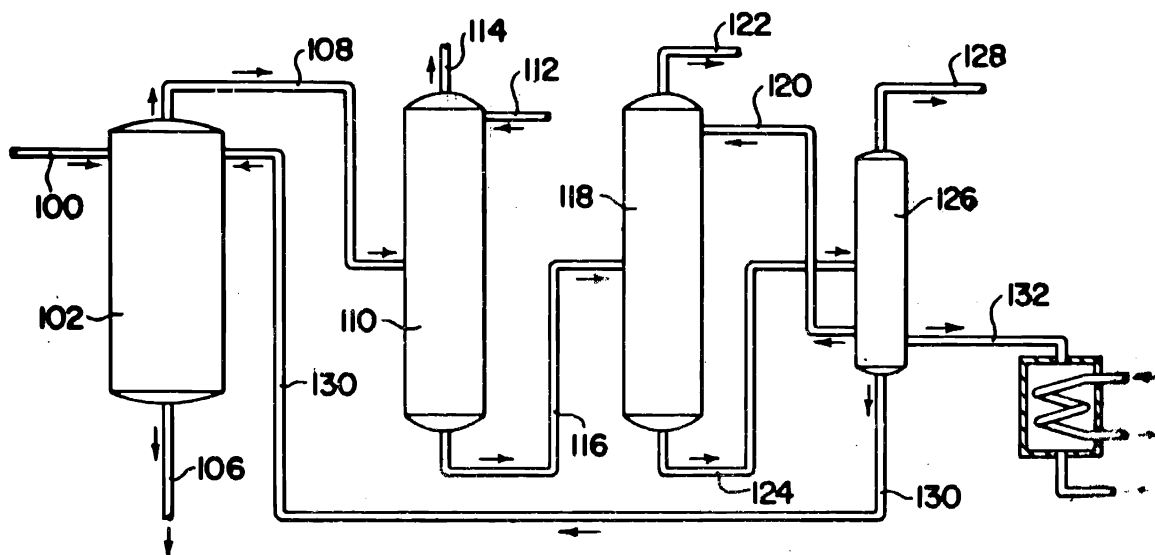


FIG. 1

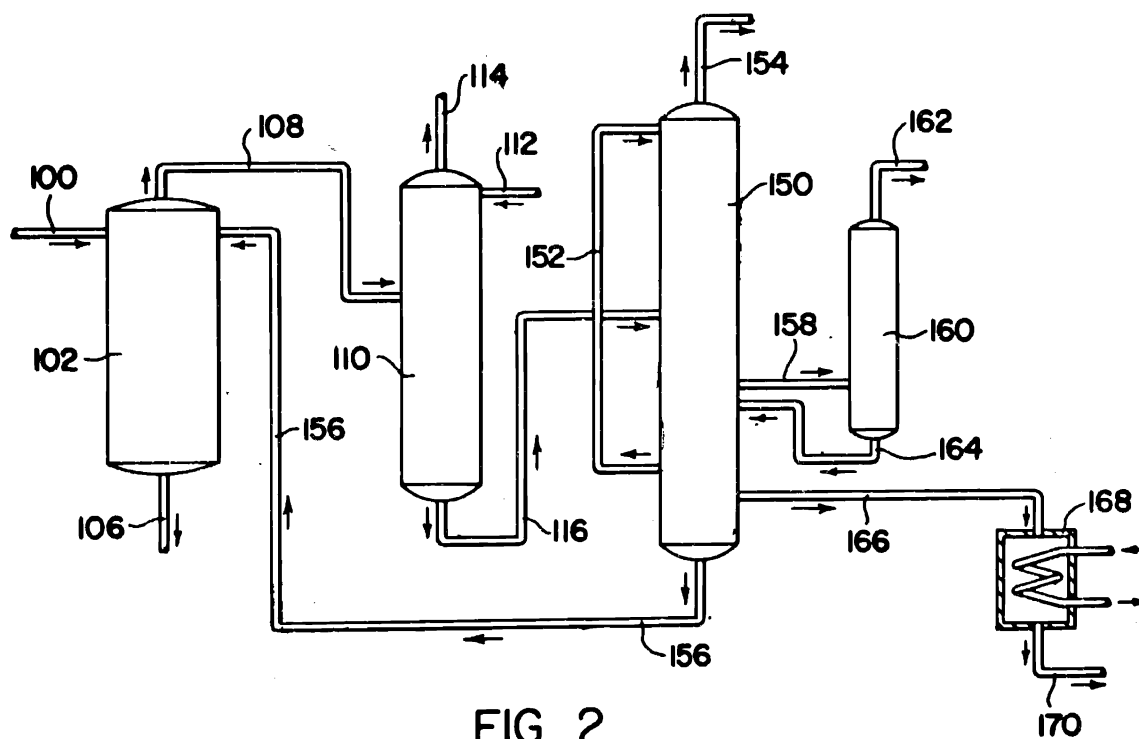


FIG. 2