



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

261 376

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 03 03 86
(21) PV 1451-86.0

(51) Int. Cl.⁴

C 13 D 1/02

(40) Zveřejněno 15 07 88

(45) Vydáno 1.11.1989

(75)

Autor vynálezu

GARCIA ALBERTO DE JESUS ing., HAVANA (KUBA),
HEYBERGER ALEŠ ing. CSc.,
PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing. CSc., PRAHA (CS),
TAUPIER LUIS ORLANDO GALVEZ lic. CSc., HAVANA (KUBA),
ČERMÁK JAN ing. DrSc., HLASNÁ TŘEBÁŇ (CS),
CAÑETE RAFAEL ERNESTO ing., HAVANA (KUBA)

(54)

Způsob kontinuální rafinace surového vosku
z cukrové třtiny

Způsob kontinuální rafinace surového vosku z cukrové třtiny protiproudým kontaktováním s rozpouštědly pomocí vibrací při teplotě nad 70 °C, spočívající v tom, že se roztavený surový třtinový vosk rozptyluje v kapky a že horké rozpouštědlo nasycené tvrdým voskem a olejem se kontinuálně chladí za míchání na teplotu 10 až 30 °C, načež se kontinuálně oddělí tuhý vosk od rozpouštědla obsahujícího olej odstředěním nebo filtrací a rozpouštědlo se kontinuálně oddělí od oleje odpařením. Rozpouštědlem je etanol, isopropanol, butanol, aceton nebo furfural nebo jejich směsi s vodou. Vibrační pohyb má amplitudu v rozmezí 0,1 až 0,3 cm a frekvenci 1 až 2 Hz. Poměr hmotnostních průtoků rozpouštědla a surového vosku z cukrové třtiny se udržuje v rozmezí 10 : 1 až 20 : 1.

Vynález se týká způsobu kontinuální rafinace surového vosku z cukrové třtiny odstraněním pryskyřičné frakce.

Surový třtinový vosk se získává z různých odpadů při výrobě třtinového cukru extrakcí tuhých odpadů vhodným rozpouštědlem a odstraněním rozpouštědla ze vzniklého roztoku destilací. Surový vosk sestává ze tří hlavních frakcí: měkké frakce (oleje), tvrdé frakce (tvrdého vosku) a pryskyřičné frakce (pryskyřice). Byly navrženy různé způsoby rafinace surového vosku z cukrové třtiny oddělením oleje a/nebo pryskyřice (US pat. č. 2 464 189).

Podstatou těchto způsobů je buď vyluhování rozemletého surového vosku vhodným rozpustidlem při vhodné teplotě, nebo extrakce roztaveného vosku rozpouštědlem, nebo konečně vylučování tuhé fáze z horkého roztoku surového vosku ochlazením a její dekantace. Přitom se využívá okolnosti, že v rozpouštědlech, která rozpouštějí tuky, jako jsou aceton, metyletylketon, etyleter, nižší parafiny, etanol, vyšší alkoholy, chlorované uhlovodíky a směsi těchto rozpouštědel, jsou nejnázve rozpustné oleje a nejhůře pryskyřice, a dále, že rozpustnost těchto složek klesá s teplotou.

Pryskyřice, které nemají určitý bod tání a jsou tuhé nebo plastické až do teploty 160°C , jsou v uvedených rozpouštědlech prakticky nerozpustné, lze je však uvést do tekutého stavu za teplot nad 70°C rozpouštěním v roztaveném tvrdém vosku nebo oleji, případně ve směsi obou. Na tom je založena vsádková metoda separace pryskyřic spočívající v tom, že se roztavený surový vosk, nebo směs tvrdého vosku a pryskyřic, smísí s horkým rozpouštědlem, čímž se ze směsi vyextrahuje tvrdý vosk a olej a pryskyřice se oddělí jako tuhý zbytek nebo tekutý roztok obsahující případně určité množství rozpouštědla a tvrdého vosku.

V poslední době byl námi navržen způsob kontinuální rafinace su-

rového tvrdého vosku z cukrové třtiny,

který odstraňuje nevýhody vsádkového způsobu při oddělování tvrdého vosku a pryskyřice. Surovinou pro tento způsob je surový tvrdý vosk z cukrové třtiny, získaný ze surového třtinového vosku odstraněním oleje některým z dříve popsanych vsádkových způsobů. Podstatou tohoto způsobu je, že se roztavený surový tvrdý vosk uvádí do kontinuálního protiproudého kontaktu s vhodným horkým rozpouštědlem za působení vibrací, přičemž se roztavený surový tvrdý vosk rozptyluje v rozpouštědle v kapky.

Uvedené známé způsoby mají různé nevýhody. Vsádkové způsoby vedou k rychlému růstu objemu zařízení při růstu objemu výroby a vyžadují značnou spotřebu lidské práce. Jednorázový kontakt rozpouštědla a surového vosku při odstraňování pryskyřice, který se u nich předpokládá, vede k velké spotřebě rozpouštědla a nízké výtěžnosti tvrdého vosku, opakovaný kontakt s čerstvým rozpouštědlem zvyšuje spotřebu rozpouštědla a snižuje měrný objemový výkon zařízení. Dříve navržený kontinuální způsob rafinace surového tvrdého vosku z cukrové třtiny, tedy surového třtinového vosku zbaveného předběžně oleje, závisí z hlediska kvality získaného tvrdého vosku i jeho výtěžku na stupni, do jakého byl surový třtinový vosk předtím zbaven oleje. Kromě toho celkový rafinační proces nebyl kontinuálizací tohoto dílčího kroku zbaven nevýhod vsádkových procesů.

Způsob kontinuální rafinace surového vosku z cukrové třtiny podle předloženého vynálezu spočívá v tom, že se roztavený surový vosk z cukrové třtiny (surový třtinový vosk) o sobě známým způsobem uvádí do kontinuálního protiproudého kontaktu s horkým rozpouštědlem za působení vibrací tak, že se roztavený vosk rozptyluje v kapky, přičemž se amplituda vibračního pohybu udržuje v rozmezí 0,1 až 0,3 cm a jeho frekvence v rozmezí 1 až 2 Hz. Poměr hmotnostních průtoků rozpouštědla a roztaveného surového třtinového vosku se udržuje v rozmezí 10:1 až 20:1. Roztok oleje a tvrdého vosku v rozpouštědle se pak kontinuálně chladí za mechanického míchání na teplotu 10 až 30°C, přičemž se vyloučený tvrdý vosk zbavený pryskyřice i oleje kontinuálně odděluje od rozpouštědla nasyceného olejem dekantací, filtrací nebo odstřeďováním. Olej se získá kontinuálním odpařením rozpouštědla.

Způsobem podle předloženého vynálezu se podařilo dalekosáh-

le odstranit nedostatky dřívějších způsobů. Především se podařilo upravením intenzity vibračního pohybu a poměru průtoků rozpouštědla a roztaveného surového třtinového vosku dosáhnout toho, že lze úspěšně odstraňovat pryskyřici i ze surového třtinového vosku obsahujícího značný podíl oleje, aniž by docházelo k tvorbě neseparovatelných emulzí nebo k rozpouštění pryskyřice. K zabránění vzniku emulzí a snížení rozpustnosti pryskyřic významně přispívá také protiproudé uspořádání kontaktu. Při tomto uspořádání přejde olej do rozpouštědla již při vstupu roztaveného surového vosku do extrakce, takže další extrakce tvrdého vosku probíhá bez přítomnosti oleje. Dále se podařilo kontinuálním postupným ochlazováním rozpouštědla nasyceného tvrdým voskem a olejem dosáhnout oddělení tvrdého vosku od oleje za vzniku dobře filtrovatelné sedliny umožňující snadnou filtraci a promývání a tím dosažení dobré separace tvrdého vosku od oleje.

Příklad 1

Do extrakční kolony s kmitajícími patry se kontinuálně přivádí roztavený surový třtinový vosk při teplotě 100°C v množství 173,6 kg/h a bezvodý etanol o teplotě 76°C v množství 1912,2 kg/h. Složení surového vosku v % hm. je 35,0 % olejů, 40,0 % tvrdého vosku, 20,0 % pryskyřice a 5,0 % tuhých nečistot. Kontaktování fází probíhá za pomoci kmitavého pohybu sady horizontálních perforovaných pater při amplitudě 0,3 cm a frekvenci 1,7 Hz. Tlak je atmosférický. Složení rafinátu je 0,9 % olejů, 15,7 % tvrdého vosku, 62,0 % pryskyřic, 16,1 % nečistot a 5,3 % etanolu. Složení extraktu je 3,0 % olejů, 3,0 % tvrdého vosku, 0,0 % pryskyřic, 0,0 % nečistot a 94,0 % etanolu. Rafinát se vede přes filmovou odparku, kde byly odpařeny zbytky etanolu. Extrakt se přiváděl do chlazeného duplikátorového válce se stíranou stěnou, odstředěn vyloučený tvrdý vosk, který byl zbaven zbytků etanolu v rotační odparce a olej rozpuštěný v etanolu byl separován v rotační odparce. Bylo získáno 60,9 kg tvrdého vosku a 60,8 kg oleje.

Příklad 2

Do extrakční kolony s kmitajícími patry se kontinuálně přivádí roztavený surový třtinový vosk při teplotě 100°C v množství 173,6 kg/h a bezvodý isopropanol o teplotě 79°C v množství 1912,2 kg/h. Složení surového vosku v % hm. je 35,0 % olejů,

40,0 % tvrdého vosku, 20 % pryskyřice a 5 % tuhých nečistot. Kontaktování fází probíhalo za pomoci kmitavého pohybu sady horizontálních perforovaných pater při amplitudě 0,4 cm a frekvenci 1,5 Hz. Tlak je atmosférický. Složení rafinátu je 71,2 % pryskyřic, 3,7 % isopropanolu, 7,2 % tvrdého vosku a 17,9 % tuhých nečistot. Složení extraktu je 93,8 % isopropanolu, 3,2 % tvrdého vosku, 2,9 % olejů, 0,0 % pryskyřic a 0,0 % tuhých nečistot. Rafinát se vede přes filmovou odparku, kde byly odpařeny zbytky isopropanolu. Extrakt se přiváděl do chlazeného duplikátorového válce se stíranou stěnou, odstředěn vyloučený tvrdý vosk, který byl zbaven zbytků isopropanolu v rotační odparce a olej rozpuštěný v isopropanolu byl separován v rotační odparce. Bylo získáno 59,6 kg tvrdého vosku a 59,4 kg oleje.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob kontinuální rafinace surového vosku z cukrové třtiny protiproudým kontaktováním s rozpouštědly za pomoci vibrací při teplotě nad 70°C , vyznačený tím, že se roztavený surový třtinový vosk rozptýluje v kapky, horké rozpouštědlo nasycené tvrdým voskem a olejem se kontinuálně chladí za míchání na teplotu 10 až 30°C , načež se kontinuálně oddělí tuhý tvrdý vosk od rozpouštědla obsahujícího olej odstředěním nebo filtrací a rozpouštědlo se oddělí od oleje odpařením.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že rozpouštědlem je etanol, isopropanol, butanol, aceton nebo furfural, nebo jejich směsi s vodou.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že vibrační pohyb má amplitudu v rozmezí 0,1 až 0,3 cm a frekvenci 1 až 2 Hz.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že poměr hmotnostních průtoků rozpouštědla a surového vosku z cukrové třtiny se udržuje v rozmezí 10:1 až 20:1.