



ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202835
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 D 3/14

(22) Přihlášeno 30 11 78
(21) [PV 7865-78]

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 03 82

(75)

Autor vynálezu

LINHART BOHUSLAV a KODÝTEK VILÉM, ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob dělení dvou kapalných látek netvořících spolu azeotropní směs

Vynález se týká provozně jednoduchého a vysoce účinného způsobu dělení dvou kapalných látek periodickou rektifikací.

Periodická rektifikace se užívá zejména k dělení menších množství dvou nebo vícesložkových směsí, vznikajících v šaržích nebo nepravidelně, kde by kontinuální uspořádání nebylo vhodné, dále tam, kde se požaduje vysoký stupeň oddělení látek, respektive vysoká účinnost dělení, atd.

Dosavadní přístupy k zvyšování účinnosti dělení směsí látek periodickou rektifikací spočívají jednak v intenzifikaci sdílení hmoty mezi kapalnou a parní fází podél rektifikační kolony, jednak v optimalizaci režimu rektifikačního procesu. Sdílení hmoty, charakterizované pro určitý systém počtem teoretických pater kolony, se při dané velikosti zařízení ovlivní výběrem vhodné vestavby, umožňující styk kapalně a parní fáze na velké ploše. Volba režimu rektifikace závisí na požadované kvalitě a rychlosti dělení a spočívá zejména ve vhodném výběru závislosti poměru zpětného toku na čase a na dalších faktorech, jako je např. příkon energie do směsi ve vařáku a jeho závislost na čase nebo teplota zpětného toku. Periodická rektifikace za konstantního poměru zpětného toku je provozně jednoduchá, vede však jen buď k hrubému rozdělení látek, nebo k extrémní spotřebě ener-

gie v případě vyššího stupně oddělení látek. Periodickou rektifikací s proměnným poměrem zpětného toku lze se stejnou spotřebou energie dosáhnout lepšího rozdělení látek než v předšlém případě, spotřeba energie je však i v tomto případě dosti značná a postup je náročný i na vedení technologického režimu. Běžně se užívá postup, při němž se poměr zpětného toku stupňovitě, popř. prakticky spojitě zvyšuje. Vysokého stupně oddělení látek se dosáhne střídáním totálního odběru s totálním zpětným tokem. Řízení procesu je však velmi náročné a také spotřeba energie je vysoká. Uvedené postupy se vyznačují vysokou spotřebou technologického času. Proto se obvykle technologický režim vede blízko prahu zahlcení rektifikační kolony, což někdy způsobuje vypěnění kapalně fáze a vyplavení náplně kolony.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob dělení dvou kapalných látek netvořících spolu azeotropní směs periodickou rektifikací podle vynálezu, který spočívá v tom, že se po odběru frakce níževroucí látky, ukončeného na počátku nebo v průběhu růstu teploty hlavového produktu nad teplotu varu níževroucí látky za podmínek procesu, odebírá smíšená frakce tvořená směsí obou látek, a to při všech teplotách hlavového produktu z teplotního intervalu vybraného z rozmezí mezi teplotami varu obou látek,

kteřá se vede zpět do procesu periodické rektifikace v dalších vsádkách. Způsob podle vynálezu lze s výhodou provozovat při konstantním poměru zpětného toku. Dělené látky mohou být obsaženy ve vícesložkové směsi, přičemž teploty varu obou dělených látek následují v pořadí teplot varu všech složek směsi ihned za sebou. Při tom se při všech nebo při některých přechodech teploty mezi teplotami varu odebrá příslušná smíšená frakce. Postup podle vynálezu lze též užít k oddělení dvou látek, z nichž jedna je azeotropní směsí dvou složek a druhá je některá ze složek azeotropní směsi. Podíl níževroucí látky oddělený jako samostatná frakce na celkovém množství látky ve směsi závisí v první řadě na poměru celkového množství níževroucí látky k množství směsi, respektive výševroucí látky a také na parametrech procesu a kolony (poměr zpětného toku, počet pater). V obvyklých případech dělení směsi tento podíl činí nad 50 %, nejčastěji 80 až 98 % celkového množství níževroucí látky v závislosti na poměru obou látek ve směsi. Někdy, jde-li např. o odstraňování takřka stopových množství kapalných toxických nebo žádoucích látek z odpadních vod nebo jiných kapalin, je účelný i postup, při němž množství níževroucí látky, odebrané jako samostatná frakce, tvoří např. jen 5 % celkového jejího množství. Volba teplotního intervalu, v němž se odebrá smíšená frakce, závisí na požadované čistotě a výtěžnosti oddělených látek, na parametrech procesu a kolony atd. Odběr smíšené frakce počíná ve fázi, kdy začne — během odběru níževroucí látky při daných parametrech procesu — vzrůstat teplota v hlavě kolony nad teplotou varu níževroucí látky, a to v samém počátku růstu teploty nebo v jeho průběhu. Obvykle tvoří teplotní interval, v němž se odebrá smíšená frakce 50 až 100 % rozmezí mezi teplotami přidělených látek. Odebranou smíšenou frakci lze shromážďovat a rektifikovat jako samostatnou vsádku. Takový postup přichází v úvahu např. při čištění odpadů. Při dělení směsi je však výhodnější přidávat smíšenou frakci k výchozí zpracovávané směsi a tuto směs rektifikovat v dalších vsádkách, neboť tak lze dosáhnout standardního průběhu rektifikace.

Postup způsobem podle vynálezu je technologicky velmi jednoduchý, vysoce spolehlivý, neboť složité regulační systémy nahrazuje odběrem další frakce, vede pro daný stupeň dělení nebo danou výtěžnost k snížení provozních nákladů ve srovnání s dosavadními postupy, lze jím dosáhnout libovolně vysokého stupně oddělení látek a vede k zkrácení doby dělení, neboť při stejných požadavcích na kvalitu oddělených látek lze oproti jiným postupům postupovat za podstatně nižšího poměru zpětného toku.

Příklad 1

Na rektifikační koloně s výplní se dělí 3730 kg směsi methanol — voda s obsahem 26 % hmot. methanolu. Po oddělení 793 kg 100% methanolu se odebrá smíšená frakce methanol — voda. Průběh rektifikace je zachycen v tabulce 1, kde je τ čas měřený od počátku odběru methanolu, t teplota v hlavě kolony, R poměr zpět-

ného toku, m hmotnost odebrané smíšené frakce a x_m hmotnostní zlomek methanolu v odebrané smíšené frakci. Poměr zpětného toku se zjišťuje z měření průtoku odebíraného destilátu a zpětného toku plovákovými průtokoměry. Dělení probíhá za konstantního poměru zpětného toku. (Pokles, který nastal, jak je patrné z tabulky 1, v závěru odběru smíšené frakce, byl samovolný.) Nesouhlas mezi teplotou v hlavě kolony a koncentrací methanolu v destilátu ve stejném čase je způsoben dopravním zpožděním. Obsah methanolu se stanovuje z měření hustoty temperovaných vzorků.

Jako destilát se vedle methanolu získá 187 kg smíšené frakce methanol — voda s obsahem 78 procent hmot. methanolu a jako vařákový zbytek čistá voda. Odebraná smíšená frakce se vede do předlohy, kde se přidá k výchozí směsi methanol — voda a tato směs se vede do vařáku rektifikační kolony v dalších vsádkách.

Příklad 2

Na rektifikační koloně s výplní se dělí 3,31 kg směsi metylal — methanol — voda, v hmotnostním poměru 0,80:0,65:1,00. Po oddělení metylalu a podstatné části methanolu se odebrá smíšená frakce methanol — voda. Průběh odběru této frakce je zachycen v tabulce 2 (význam symbolů je též jako v tabulce 1). Dělení probíhá za stupňovitě proměnného poměru zpětného toku, přičemž při odběru smíšené frakce je $R = 4$. Obsah methanolu v odebíraném destilátu se stanoví metodou plynové chromatografie.

Vedle metylalu se získá 0,84 kg bezvodého methanolu s obsahem 1,2 % hmot. metylalu, 0,06 kg smíšené frakce s obsahem 77 % hmot. methanolu a jako destilační zbytek 1,35 kg prakticky čisté vody. Smíšená frakce se vede do předlohy, kde se přidá k výchozí směsi a tato směs se vede do vařáku rektifikační kolony v následující vsádce.

Způsobem podle vynálezu lze s výhodou postupovat při dělení směsi periodickou rektifikací, zejména je-li požadována vysoká čistota nebo výtěžnost dělených látek, krátká doba dělení, atd. Postup je zejména vhodný k získávání takové látky ze směsi, která je v ní přítomna v nízké koncentraci a k odstraňování toxických nebo žádoucích látek z destilačních zbytků, které se vypouštějí do odpadních vod nebo skladují jako odpad.

Tabulka 1

τ (min.)	t (°C)	R	m (kg)	$100x_m$
0	64,5	3,0	0	96,5
262	68,0	3,0		91,8
287	76,0	2,9		81,8
300	83,0	2,5		63,2
316	90,0	1,7		46,0
330	93,5	1,2	187	

Tabulka 2

τ (min.)	t (°C)	R	m (kg)	100x
0	75,0	6,0	0	94,3
20	81,5	4,1		85,2
30	83,5	3,9	0,025	80,7
50	87,5	3,8		70,8
70	90,0	3,9	0,061	61,7

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob dělení dvou kapalných látek netvořících spolu azeotropní směs, případně obsažených ve vícesložkové směsi, v níž teploty varu obou dělených látek následují v pořadí teplot varu všech složek směsi ihned za sebou, periodickou rektifikací, vyznačený tím, že se po odběru frakce níževroucí látky, ukončeného na počátku nebo v průběhu růstu teploty hlavového produktu nad teplotou varu níževroucí látky za podmínek procesu, o-

debírá smíšená frakce tvořená směsí obou látek, a to při všech teplotách hlavového produktu z teplotního intervalu vybraného z rozmezí mezi teplotami varu obou látek, která se vede do procesu periodické rektifikace v dalších vsádkách.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že dělení probíhá za konstantního poměru zpětného toku.