

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **17. 01. 95**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **09.09.94**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **94/303445**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 09. 97**
(Věstník č. 9/97)

(86) PCT číslo: **PCT/US95/00600**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/07469**

(21) Číslo dokumentu:

673-97

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

B 01 D 61/36
B 01 D 61/24

(71) Přihlášovatel:

TASTEMAKER, Cincinnati, OH, US;
SEPARATION EQUIPMENT
TECHNOLOGIES, INC., Livermore, CA, US;
MARC SIMS S. F. E., Berkeley, CA, US;
ROBINSON James R., Livermore, CA, US;
SIMS Marc J., Berkeley, CA, US;

(72) Původce:

Robinson James R., Livermore, CA, US;
Sims Marc J., Berkeley, CA, US;

(74) Zástupce:

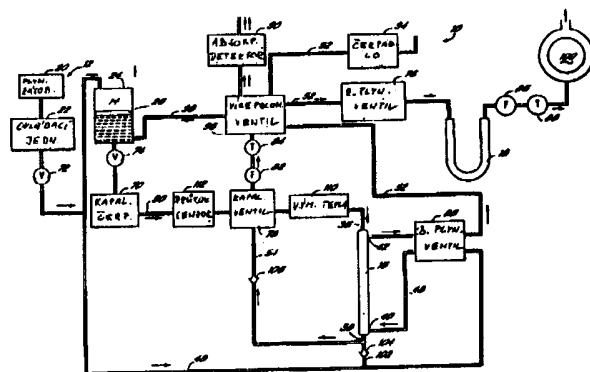
Malůšek Jiří Ing., Mendlovo nám. 1a, Brno,
60300;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob extrakce látky z média a zařízení
na jeho provádění**

(57) Anotace:

Způsob spočívá v tom, že medium, obohacující extrahovanou látku je přiváděno na vnější nebo vnitřní povrch membránových prvků a druhé medium extrační je přiváděno vždy na opačný povrch membránových prvků za stejného tlaku na obou površích, přičemž membránové prvky jsou porézní a jedním z medií je tlakový plyn o hustotě alespoň 0,5 g/cm³ vzájemně nemísitelný s druhým medium. Zařízení sestává z tlakového zásobníku (24), opatřeného membránou (26) a tlakového modulu (16), kde je uložen svazek porovitých dutých vláken (28).



19 97

Způsob extrakce látky z média a zařízení na jeho provádění

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu extrakce látky z média a zařízení k jeho provádění, kdy je membránová trubka uložena v tlakovém modulu, přičemž stěny trubky slouží jako rozhraní mezi dvěma médii, přičemž jedno médium je přiváděno do tlakového modulu buď na vnější nebo na vnitřní plochu trubky a druhé médium je přiváděno vždy na opačný a buď vnější nebo na vnitřní povrch trubky, přičemž alespoň jedno médium obsahuje látku určenou k extrakci a druhé médium pak slouží jako médium extrakční, přičemž tlak na obou plochách trubky je stejný a při extrakci je látka podél trubky vylučována koncentračním gradientem extrahované látky mezi médii.

Dosavadní stav techniky

Jsou známy postupy extrakce, kdy se použije zařízení s membránovým plynovým separačním modulem obsahující svazek dutých vláken. To je popsáno např. v EP 0 547 575. Britská přihláška č. 2 268 096 popisuje způsob a zařízení pro kontinuální extrakci chemických substancí kdy je médium obsahující extrahovanou látku ve styku s polopropustnou membránou po jednou jejím povrchem a extrahovaná látka se vylučuje na povrchu druhém. Extrakčním médiem může být plyn nebo tlakový hustý plyn.

Jinak je rovněž známá tradiční metoda, kdy se použijí dvě kapalná média, kterými se naplní extrakční kolona. Jedním z příkladů pro tuto metodu je US patent 3 477 856. Týká se regenerace esence z materiálů, které ji obsahují a způsob sestává z extrakce z kapalného CO_2 smíchaného s extrahovanou látkou v extrakční koloně. Je to typický způsob, kdy se vodný roztok přivede do horní části kolony. Zároveň vystupuje kapalný CO_2 z nižších pater kolony. Z důvodů rozdílných hustot se vodný roztok dostává dolů, zatímco kapalný CO_2 stoupá vzhůru kolonou, čímž kapalný CO_2 vytváří roztok s organickou látkou k regeneraci. Tato fáze kapalný CO_2 - extrahovaná látka potom stoupá k vrcholu extrakční kolony, kde je organická látka separována vypařováním z CO_2 .

Jedním z omezujících faktorů této tradiční metody je to, že

způsob je založen na disperzi a gravitaci a proto se musí používat roztoky s různou hustotou. Dalším omezením je možnost vytvoření stabilních emulzí, ve kterých už k extrakci nedojde. Kromě toho se může kontaktní povrch uvnitř extraktoru snížit nežádoucí tvorbou kanálů. Když dvě fáze vzájemně dispergují, budou mít tendenci vytvořit dráhu a obíhat po té dráze, kde bude v koloně nejmenší odpor. Jestliže náplň kolony nebude dostatečně propustná, disperze dvou fází a proto i efektivita vylučování může být snížena.

Další vývojový krok v oblasti extrakce při nasazení dvou kapalin spočívá ve využití mikroporézních membrán z dutých vláken. V membránovém extraktoru je svazek mnoha vláken uložený ve vnějším plášti. Obvykle jedna kapalina obtéká vnější povrchy vláken a druhá kapalina protéká vnitřkem vláken a k vylučování látky dochází po délce membránového svazku. Protože membránová extrakce je operací bez probíhající disperze, způsob nevyžaduje rozdíl hustot mezi fázemi. Kromě toho je náchylnost k vytváření emulzí značně snížena, protože membrány stabilizují styk mezi oběma fázemi. Toto je rovněž popsáno v literatuře v časopise Separation Science and Technology, 28 (1-3) str 343-359 z roku 1993.

Nicméně extrakce prováděná s použitím modulů s membránovými dutými vlákny měla jen omezený úspěch. Efektivita vylučování látky z těchto modulů byla menší než se čekalo a to hlavně kvůli tomu, že hlavní množství kapaliny která obtéká vnější povrchy vláken ve svazku byla v kontaktu pouze s tou plochou svazku, která přiléhala k plášti modulu. Toto je vážný fenomén, protože se takto využívala pouze malá část povrchů vláken a to snižovalo účinnost zařízení. Takto bylo 70 až 90% celkové plochy vláken nevyužíváno.

Byla snaha řešit tento problém zařazením různých příček do modulu, které by měnily tok kapaliny a nutily jí do většího kontaktu s povrchem vláken. Problém se tím však nevyřešil a naopak se zdražila výroba modulu.

Cílem vynálezu je tedy způsob extrakce a zařízení k jejímu provádění, kdy se vychází z metody s využitím membrány z dutých porézních vláken, ovšem při redukci planého průchodu média bez

styku s povrchem membrány, čímž by se zvýšila výtěžnost zařízení.

Podstata vynálezu

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob extrakce látky z média, jehož podstata spočívá v tom, že membránové prvky jsou porézní a univerzální pro extrahované látky, přičemž jedním z médií je tlakový plyn o hustotě alespoň $0,5 \text{ g/cm}^3$, přičemž druhé médium a tlakový plyn jsou vzájemně nemísitelné a vytvářejí dvě fáze.

Podle výhodného provedení se porézní membránové prvky na jednom z povrchů vysuší tlakovým plynem dříve než je k opačnému povrchu přivedeno druhé médium.

U jiného provedení jsou pohyby tlakového plynu a druhého média po opačných površích porézních membránových prvků protisměrné.

U dalšího výhodného provedení je kapalina, jako druhé médium, vybrána ze skupiny produktů jako jsou ovocné šťávy, ovocná pyré, zeleninové šťávy, emulze oleje ve vodě, živé buňky fermentoru vývaru a enzymy vývaru.

Další provedení je typické tím, že i druhým médiem je tlakový plyn o hustotě alespoň $0,5 \text{ g/cm}^3$.

Podle jiného provedení je extrahovaná látka esence, farmaceutický nebo chelatový kov.

U dalšího provedení probíhá operace za teploty od -10°C do 200°C .

U jiného provedení probíhá operace při tlaku od $2 \times 10^5 \text{ Pa}$ do $7 \times 10^5 \text{ Pa}$.

Podle dalšího provedení je extrahovanou látkou esence, přičemž porézní membránové prvky jsou univerzální a tlakovým plynem je CO_2 , přičem pohyby CO_2 a druhého média po opačných plochách porézních membránových prvků jsou protisměrné a alespoň jedno médium obsahuje esenci k extrakci, přičemž druhé médium spouží jako médium extrakční.

U dalšího provedení je tlakový plyn plynem ze skupiny methan, ethan, propan, butan, isobutan, ethen, propen, hydrofluorkarbon, tetrafluormethan, chlordifluormethan, oxid dusný,

fluorid sírový, amoniak a chlormethan.

Další provedení je charakteristické tím, že hydrofluorkarbon je vybrán ze skupiny obsahující fluorinové methany, ethany a propany.

Pro aplikaci způsobu podle vynálezu je navrženo zařízení k jeho provádění jehož podstata spočívá v tom, že membránové prvky jsou porézní a univerzální pro extrahované látky, přičemž jeden z přívodů médií je přívodem tlakového plynu.

Podle výhodného provedení je k tlakovému modulu se svazkem membránových prvků je napojen kapalinový vstup a kapalinový výstup, dále také plynový vstup a plynový výstup pro tlakový plyn ústící vždy k opačnému a to buď k vnějšímu povrchu nebo k vnitřnímu povrchu membránových prvků.

Jiné provedení je typické tím, že kapalinový vstup a kapalinový výstup, dále také plynový vstup a plynový výstup pro tlakový plyn jsou upraveny tak, že jejich výstupní konce ústící vždy k opačnému a to buď k vnějšímu povrchu nebo k vnitřnímu povrchu membránových prvků jsou orientovány protisměrně.

Podle dalšího provedení je před tlakovým modulem uspořádán tlakový zásobník.

U jiného provedení obsahuje tlakový zásobník oddělovací prvek uložený mezi dvěma médii.

Další provedení je charakteristické tím, že oddělovacím prvkem je membrána.

Podle jiného výhodného provedení jsou mezi přívodem a výstupem ze zařízení uspořádány kontrolní jednotky toku médií jako jsou ovládací jednotka, tlakový zásobník, kapalinové čerpadlo, plynový vstupní ventil, kapalinový vstupní ventil a druhý plynový ventil.

Podle dalšího provedení jsou mezi přívodem a výstupem ze zařízení jsou uspořádány kontrolní jednotky pro měření průtoku médií jako jsou kapalinový průtokoměr, plynový průtokoměr a detektor.

Podle dalšího provedení ústí do tlakového zásobníku zpětné kapalinové vedení.

U jiného provedení je svazek membránových prvků tvořen po-

různými dutými vlákny. Další provedení je typické tím, že porézní vlákna jsou vyrobena z materiálu ze skupiny polypropylen, polyetylén, polytetrafluoroetylén, polyvinyliden difluorid, nylon, polysulfonát, polykarbonát, polyester, acetát celulózy, nitrát celulózy nebo akrylové polymery.

U dalšího provedení je průměr pórů porézních dutých vláken od $0,001\mu\text{m}$ do $1\mu\text{m}$ a tlouška stěny je od $0,005$ do 3 mm .

U jiného provedení je průměr pórů porézních dutých vláken od $0,1\mu\text{m}$ do $0,2\mu\text{m}$ a tlouška stěny je od $0,2$ do $0,6\text{ mm}$.

Podle dalšího provedení jsou póry porézních dutých vláken symetrické.

Přehled obrázků na výkresech

Vynález bude dále popsán pomocí výkresů, na kterých obr.1 představuje schéma výhodného provedení zařízení pro extrakci roztoku z kapaliny, přičemž proud tlakového plynu je vyznačen černými šipkami, zatímco směr proudu kapaliny je naznačen světlými šipkami, obr.2 znázorňuje řez tlakovým modulem s membránou z dutých vláken, obr.3 představuje schéma toku u jiného provedení, kdy je proud tlakového plynu opět vyznačen černými šipkami, zatímco směr proudu kapaliny je naznačen světlými šipkami a obr.4 znázorňuje schéma toku zařízením, které bylo použito při pokusu uvedeném v příkladu, kdy je opět proud tlakového plynu vyznačen černými šipkami, zatímco směr proudu kapaliny je naznačen světlými šipkami.

Příklady provedení vynálezu

Zařízení pro extrakci rozpuštěné látky v kapalině je schematicky znázorněno na obr.1. Zařízení 10 sestává z přívodu 12 tlakového plynu a tlakového zásobníku 24 pro dodávku tlakového plynu a kapaliny k tlakovému modulu 16, kde se provede extrakce látky. Zařízení 10 sestává dále ze separátoru 18 ve tvaru velkého písmene U, který je operativně připojen ke tlakovému modulu 16 pro získání extrahované látky z obohaceného média.

Přívod 12 tlakového plynu sestává z plynového zásobníku 20 a ovládací jednotky 22. Plynový zásobník 20 je standardní kon-

strukce a je naplněn CO_2 stlačeným na 70 kPa. Ovládací jednotka 22 je integrální součástí tlakového čerpadla s řízením teploty a proudu, upraveného k přeměně plynu na tlakový plyn o hustotě alespoň $0,5 \text{ g/cm}^3$ a zajišťuje regulaci proudu tlakového plynu vcházejícího do zbytku zařízení 10.

Tlaková komora 14 kapaliny je uložena v tlakovém zásobníku 24 s utěsnitelným otvorem, který není znázorněn. Tlakový zásobník 24 může být otevírán pro přidání kapaliny a/nebo získávané látky. V tomto provedení slouží tlaková komora 14 jako prostředek k do-
datečnému vyrovnávání tlaků tlakového plynu a kapaliny, a protože je tlakový zásobník 24 situován před tlakovým modulem 16, tlakový plyn a kapalina mají v zásadě stejný tlak, když procházejí přes tlakový modul 16. Tlakový zásobník 24 dále obsahuje plovoucí membránu 26 uloženou mezi vrstvou tlakového plynu a kapalinou. Membrána 26 má průměr odpovídající vnitřnímu průměru tlakového zásobníku 24 a zabráňuje pronikání kapaliny nahoru do tlakové komory 14. Protože získávaná látka je rozpustitelná jak v kapalině, tak i v tlakovém plynu, mohlo by dojít k určitému průsaku po hranici obou fází v tlakovém zásobníku 24 před extrakcí v tlakovém modulem 16. Proto, aby se průsaku v tlakovém zásobníku 24 zabránilo, používá se membrána 26.

Experimentální tlakový modul 16 je znázorněn v detailu na obr.2. Tlakový modul 16 sestává ze svazku 30 čtyř porézních dutých trubek 28 uložených podél modulu 16. V dodávaném provedení bude mít ovšem svazek 30 v tlakovém modulem 16 mnoho trubek 28. Každá dutá porézní trubka 28 končí v trubkovnici 31 na obou čelech tlakového modulu 16. Svazek 30 trub 28 je obalen vnitřním pláštěm 32, ve kterém jsou na obou čelech natěsněny trubkovnice 31. Vnitřní plášť obklopuje ještě vnější plášť 34 a poloha vnitřního pláště 32 v něm je zajištěna distančními kroužky 56.

Vnější plášť 34 je vyroben z nerezové oceli a materiál ostatních komponent může být různý. Trubky 28, trubkovnice 31 a vnitřní plášť 32 jsou obvykle z polypropylenu, ale mohou být i z polyetylenu, polytetrafluoroethylenu, polyvinyliden fluoridu, nylonu, polysulfonátu, polykarbonátu, polyesteru, acetátu celulózy, nitrátu celulózy nebo akrylových polymerů.

Materiál trub 28 může být buď z hydrofobiku nebo jiného materiálu s podobnými vlastnostmi. Například, jestliže tlakovým modulem 16 prochází vodná kapalina, je žádoucím materiálem trub 28 hydrofobik. Hydrofobní trubky 28 tlačí kapalinu od pórů, čímž umožní průchod kapalinou tlakovým modulem 16 za vyšší rychlosti, aniž by byl unášen tlakový plyn z pórů. Pokud se jako kapalina použije olej nebo jiná hydrofobní tekutina, potom je rovněž žádoucí hydrofobní trubka 28 z těch samých důvodů. V obou případech se zlepší průtok kapaliny.

Tlakový modul 16 má kapalinový vstup 36 a kapalinový výstup 38, takže kapalina proudí po vnitřním povrchu 44 dutých porézních trubek 28. Tlakový modul 16 má také plynový vstup 40 a plynový výstup 42 pro tlakový plyn, který je veden na vnější povrch 46 trubek 28. Takto dochází k extrakci napříč dutých porézních trubek 28 díky koncentračního gradientu obou médií, přičemž se extrahovaná látka pohybuje z kapaliny na vnitřním povrchu 44 napříč trubkou 28 k tlakovému plynu na vnějším povrchu 46. Jestliže je to výhodné, ke tlakovému modulu 16 mohou být napojeny příčné přívodní vedení 48 tlakového plynu a podélné přívodní vedení 50 kapaliny, stejně jako příčné odvodní vedení 48 tlakového plynu a podélné odvodní vedení 50 kapaliny, takže kapalina teče přes tlakový modul 16 po vnějším povrchu 46, zatímco tlakový plyn proudí po vnitřním povrchu 44. Pokud je to výhodné, tlakový modul 16 může být sestaven podle US patentu 5 015 585.

Separátor 18 ve tvaru písmene U je spojen s plynovým výstupem 42 přes výstupní vedení 52 tlakového plynu. Když tlakový plyn obohacený o rozpuštěnou látku prochází separátorem 18, plyn se roztahuje a extrahovaná látka je oddělována v separátoru 18. Jestliže je to výhodné, zařízení může být sestaveno tak, že získávaná látka je extrahována z tlakového plynu do kapaliny. V tom případě by regenerační jednotka byla spojena s kapalinovým výstupem 38 přes odvodní potrubí 54 kapaliny, takže látka může být regenerována z kapaliny pomocí některé ze známých separačních technologií jako je destilace nebo podobně.

Extrakční zařízení znázorněné na obr.1 sestává i z dalších komponent. Na podélném odvodním vedení 50 kapaliny je instalováno

kapalinové čerpadlo 70 pro pohon kapaliny při průchodu tlakovým modulem 16. Zařízení 10 obsahuje i vícero senzorů pro kontrolu pohybu kapaliny i tlakového plynu před a po průchodu tlakovým modulem 16. Plynový vstupní ventil 72 reguluje vstup tlakového plynu do příčného přívodního vedení 48 tlakového plynu a kapalinový vstupní ventil 74, uložený na pod tlakovým zásobníkem 24 reguluje tok kapaliny z tlakové komory 14. Tok tlakového plynu zařízením je regulován druhým plynovým ventilem 76 uloženým na výstupním vedení 52 tlakového plynu mezi plynovým výstupem 42 a separátorem 18.

Zařízení 10 obsahuje dále několik monitorovacích stanovišť pro sledování toku kapaliny a tlakového plynu. Druhý kapalinový ventil 78 a třetí plynový ventil 80 umožní uživateli podle potřeby vynechat průchod tlakovým modulem 16, přičemž pošle kapalinu a/nebo tlakový vzduch přes zbytek zařízení 10, aniž by proběhla extrakce látky. Aby se dala měřit rychlost jakou prochází kapalinou a tlakový vzduch zařízením 10, má tento zabudován kapalinový průtokoměr 82 a plynový průtokoměr 86. Zařízení 10 má také celkový kapalinový měřič 84 a celkový plynový měřič 88, které měří celkové objemy kapaliny a tlakového plynu, které projdou zařízením 10.

Extrakce látky je měřena pomocí světelného absorpčního detektoru 90. Detektor 90 je spojen s výstupním vedením 52 tlakového plynu a odvodním potrubím 54 kapaliny přes vícepolohový ventil 96, který umožní uživateli určovat buď průchod tlakového plynu nebo kapaliny přes detektor 90. Nadto, čerpadlo 94 unášecí kapaliny tlačí unášecí kapalinu potrubím 92 pro unášecí kapalinu a přes vícepolohový ventil 96 k detektoru 90. Unášecí kapalina může být použita ke zředění tlakového plynu nebo základní kapaliny po měření v detektoru 90 a neměla by mít schopnost absorpce ultrafialového záření a být schopna rozpustit se jak v základní kapalině tak v tlakovém plynu. Vhodnou unášecí kapalinou je např. metanol, když je jako základní kapalina použita voda a jako tlakový plyn CO_2 .

Kapalina, která není testována světelným absorpčním detektorem 90 prochází vícepolohovým ventilem 96 do zpětného kapalinové-

ho vedení 98 a teče zpět do tlakového zásobníku 24. Mezitím je tlakový vzduch, co neprošel detektorem 90 vypuštěn při běžném tlaku do ovzduší poté, co prošel expanzní jednotkou 100 připojenou na výstupní vedení 52. Jestliže je to žádoucí, zařízení 10 může být upraveno k recyklaci plynu z výstupního vedení 52 přes neznázorněné zpětné plynové vedení zpět k ovládací jednotce 22, kde je opět natlakován a znovu použit.

Mimoto má zařízení 10 udržovací tlakové vedení 102 spojené s příčným přívodním vedením 48 tlakového plynu a odvodním potrubím 54 kapaliny. Toto udržovací tlakové vedení 102 má první jednocestný kontrolní ventil 104 a představuje dodatečný prostředek pro udržování tlaku v zařízení 10. Druhý jednocestný kontrolní ventil 106 v odvodním potrubí 54 kapaliny rovněž pomáhá stabilizovat tlak. Dále ještě jsou na podélném přívodním vedení 50 vedoucím k tlakovému modulu 16 uspořádány průtokový senzor 112 a výměník tepla 110.

Při provozu je kapalina obsahující látku k extrakci zavedena do tlakového zásobníku 24 a zásobník 24 je pak utěsněn. Porézní duté trubky 28 jsou vysušeny a zařízení je tlakováno pomalým otvíráním plynového vstupního ventilu 72 při uzavřeném druhém plynovém ventilu 76. Po natlakování se jak vnitřní povrch 44 i vnější povrch 46 trubek 28 v tlakovém modulu 16 dostane do styku s tlakovým plynem. Tlakový plyn rovněž vyplní horní prostor tlakové komory 14 v tlakovém zásobníku 24 a tlaky tlakového plynu a kapaliny v zařízení 10 se vyrovnají.

Následně je kapalina čerpána do tlakového modulu 16 při otevření kapalinového vstupního ventilu 74, přičemž se zvolí požadovaný takt kapalinového čerpadla 70. Zároveň se otevře druhý plynový ventil 76, aby se dosáhlo požadovaného průtoku tlakového plynu, který pak zaznamenává plynový průtokoměr 86.

V tomto okamžiku prochází kapalina tlakovým modulem 16 po jedné z ploch porézních dutých trubek 28 a tlakový plyn vychází na druhé straně z tlakového modulu 16. S výhodou prochází kapalinou po vnitřním povrchu 44, zatímco plyn po vnějším povrchu 46 porézních dutých trubek 28. Nicméně toto může být i opačně, když se zamění média v přívodních trubkách. Uvnitř tlakového modulu 16

dochází k extrakci látky díky koncentračnímu gradientu obou médií. Protože v tlakovém zásobníku 24 se v zásadě vyrovnají tlaky tlakového plynu a kapaliny, rozdíl tlaků podél porézních dutých trubek 28 je minimální.

Jak je zřejmé z obr.1, tlakový plyn obohacený o látku prochází plynovým výstupem 42 do výstupního vedení 52 tlakového plynu. Tlakový plyn pokračuje přes vícepolohový ventil 96 a druhý plynový ventil 76 do separátoru 18, kde je látka regenerována z plynu a plyn je vypouštěn do atmosféry. Mezitím kapalina zbavená extrahované látky pokračuje přes kapalinový výstup 38 do odvodního potrubí 54 kapaliny a dále přes druhý kapalinový ventil 78 a vícepolohový ventil 96. Kapalina potom proudí zpět do tlakového zásobníku 24 přes zpětné kapalinové vedení 98. Uživatel může měřit extrakci látky tak, že nechá proudit vzorek tlakového plynu nebo kapaliny přes světelný absorpční detektor 90. Je-li to žádoucí, může být zařízení 10 přestavěno tak, že látka je extrahována z tlakového plynu do kapaliny. V tomto případě je na odvodním potrubí 54 kapaliny uspořádána regenerační jednotka, jako je např. destilační komora, takže látku lze z kapaliny regenerovat.

Jiné výhodné provedení je znázorněno na obr.3. Toto provedení představuje kontinuální zařízení, ve kterém je tlakový plyn recyklován zpět do systému poté, co prošel tlakovým modulem 16. Toto provedení je v principu podobné zařízení z obr.1 s několika odchylkami. Základní rozdíl je v přidání zpětného plynového potrubí 126, které vede plyn z regenerační jednotky 120 zpět k řídicí jednotce 22, kde je plyn opět natlakován pro další použití v zařízení. Mimoto je zásobník kapaliny 15 separován od tlakového zásobníku 122, kde se vyrovnávají tlaky. Zásobník kapaliny 15 má utěsnitelný nálevný otvor, který není znázorněn a je spojen s řídicí kapalinovou jednotkou 118, která řídí tlakování kapaliny. Tlakovaná kapalina a tlakový plyn procházejí přes své řídicí jednotky 118 a 22 do podélného přívodního vedení 50 kapaliny a příčného přívodního vedení 48 tlakového plynu a pak se jejich tlaky vyrovnají v tlakovém zásobníku 122 opatřeném plovoucí membránou 26. Na rozdíl od zařízení na obr.1 nemá toto zařízení kapalinové čerpadlo. Kromě toho regulační ventil 124 dovoluje uživateli re-

gulovat průtok kapaliny z odvodního potrubí 54 do zpětného kapalinového vedení 98 a do kapalinového kolektoru 128. Zařízení může být osazeno dalšími řídicími a monitorovacími jednotkami.

Příklad

Prováděla se extrakce kofeinu z vody pomocí tlakového CO_2 jako extrakčního média. Použije se zařízení znázorněné na obr.4, což je zjednodušená verze zařízení z obr.1.

Extrakce se prováděla za použití běžného plynového zásobníku 20 obsahujícího CO_2 o tlaku 70 kPa a tlakové nádoby o obsahu 300 cm^3 . Kapalinové čerpadlo 70 bylo typu LDC a čerpadlo bylo s nastavitelným taktem se safirovým pístem s výkonem 7,5 cm^3/min . Materiálem tlakového zásobníku 24 byla nerezavějící ocel typu 316 a spojovací trubková vedení byla z prvků o průměru 3,12mm a rovněž z nerezavějící oceli.

Tlakový modul 16 byl v tomto případě vyroben z polypropylenu a nerezavějící oceli. Propylen byl použit pro porézní duté trubky 28, vnitřní plášť 32 a trubkovnice 31. Vnější plášť 34 byl vyroben z plechu z nerezavějící oceli typu 316 o tloušťce 2,5 mm a trubky 28 měli tloušťku stěny 2,8 mm a distanční kroužky mezi pláštěmi byly z materiálu Buna N.

Polypropylenový vnitřní plášť měl délku 41 cm a vnější průměr 20 mm. Tlakový modul 16 obsahoval tři porézní duté trubky 28, každá o délce 41 cm. Vnitřní průměr každé trubky 28 byl 0,6 mm, vnější průměr 1 mm a póry měly velikost 0.2 μm a porozitu 75%. Vnější povrch všech trubek 28 byl 40 cm^2 . Objem modulu 16 byl 0,33 ml pro kapalinu a 5,1ml pro CO_2 . Plynový průtokoměr 86 byl proveden jako rotametr a celkový plynový měřič 88 byl běžného typu.

Zařízení použité v popisovaném příkladu také obsahovalo několik přídavných prvků. Příčné přívodní vedení 48 tlakového plynu bylo opatřeno zvlhčovačem 134 pro saturaci přicházejícího plynu vodou. Zvlhčovač 134 byl válec o objemu 10 cm^3 naplněný 3 mm vysokým skleněným ložem a 15 cm^3 vody. Výstupní vedení 52 tlakového plynu obsahovalo ohřívavý expanzní ventil 130, který ohříval tlakový plyn před tím, než plyn oděšel do separátoru 18. Odvodní

potrubí 54 kapaliny zahrnovalo vzorkové odběrné vedení 138 s odběrným ventilem 136, který dovoloval uživateli odběr procházejícího vzorku kapaliny poté, co prošla modulem 16. Kromě to obsahovala ještě zpětné kapalinové vedení 98 jednosměrný kontrolní ventil 132.

Každý běh byl proveden za specifického tlaku a teploty po určený čas a zvláště hodnoty toku CO_2 a vodného roztoku - kofein s vodou - jsou uvedeny v tabulce 1. U každého běhu bylo v tlakovém zásobníku přítomno 150g směsi destilované vody a kofeinu, kterého tam bylo 1% hmotnostní. Když byl ohříváný expanzní ventil 130 v poloze zavřeno, celé zařízení bylo tlakováno pomalým otevíráním plynového vstupního ventilu 72. Po natlakování byl tlak CO_2 jak na vnitřním povrchu 44, tak i na vnějším povrchu 46 v module 16 na požadované hodnotě. Tlakový CO_2 také zaplnil horní prostor 14 tlakového zásobníku 24 a tím se vyrovnaly tlaky tlakového CO_2 a vodného roztoku.

V čase nula bylo spuštěno kapalinové čerpadlo 70 s 30% nebo 100% taktem, což odpovídá 2,25 nebo 7,5 cm^3/min . Zároveň byl otevřen ohříváný expanzní ventil 130, aby umožnil regulovaný proud CO_2 , což se ukazovalo na plynovém průtokoměru 86. Na konci zvolené extrakční doby byly proudy tlakového plynu a vody zastaveny. Celkový objem CO_2 byl indikován na celkovém plynovém měřiči 88 v litrech při jedné atmosféře a zvolené teplotě. Tento objem byl převeden na gramy pro uvedení v tabulce 1.

Ve všech experimentálních bězích byla teplota na úrovni okolní teploty a proto byl CO_2 podkritický. Nicméně při tlacích, které byly použity což bylo 98, 210 a 280 kPa měl CO_2 hustotu 0.8, 0.9 a 0.95 g/cm^3 . U experimentálního běhu 8, 9 a 10 byl tlakový CO_2 saturován vodou v rozsahu 0,1 až 0,2% hmotnostních, když procházel zvlhčovačem 134.

Materiál, který se regeneroval v separátoru 18 byl koncentrovaný roztok kofeinu ve vodě. Separátor 18 byl potom vypláchnut acetonem a rovněž byl vypláchnut ohříváný expanzní ventil 130. Po odpaření byla váha krystalického kofeinu 0,1 mg a množství regenerovaného kofeinu získaného z jednotlivých běhů je zapsáno v tabulce 1.

TABULKA 1										
EXPERIMENTAL DATA										
EXP. NO.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Tlak (kg)	98	210	210	98	98	280	210	210	210	210
Teplota C°	25	23-24	24	24-25	24	23	23	24	24	24
CO ₂ -průtok g	258	263	263	261	263	263	263	185*	261*	261*
čas, min	30	31	29	28	15	30	30	19	23	28
H ₂ O-průtok cm ³ /min	2.25	2.25	7.5	7.5	7.5	7.5	2.25	0	2.25	2.25
Kofein získaný z CO ₂ mg	53.2	30.0	24.3	24.5	14.6	9.1	21.3	5.7	24.1	27.3

*CO₂ saturován - 0.1-0.2% H₂O

PATENTOVÉ NÁROKY

01500

1. Způsob extrakce látky z média, kdy je v tlakovém modulu uložen svazek membránových prvků, přičemž membránové prvky slouží jako rozhraní mezi dvěma médii, přičemž jedno médium je přiváděno do tlakového modulu buď na vnější nebo na vnitřní povrch membránových prvků a druhé médium je přiváděno vždy na opačný a to buď vnější nebo na vnitřní povrch membránových prvků, přičemž alespoň jedno médium obsahuje látku určenou k extrakci a druhé médium pak slouží jako médium extrakční, přičemž tlak na obou površích membránových prvků je stejný a při extrakci je látka podél membránových prvků vylučována díky svému koncentračnímu gradientu mezi médii, v y z n a č u j í c í s e t í m , že membránové prvky jsou porézní a univerzální pro extrahované látky, přičemž jedním z médií je tlakový plyn o hustotě alespoň $0,5 \text{ g/cm}^3$, přičemž druhé médium a tlakový plyn jsou vzájemně nemísitelné a vytvářejí dvě fáze.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že porézní membránové prvky se na jednom svém povrchu vysuší tlakovým plynem dříve než je k opačnému povrchu přivedeno druhé médium.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , že pohyby tlakového plynu a druhého média po opačných površích porézních membránových prvků jsou protisměrné.
4. Způsob podle jednoho z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že kapalina, jako druhé médium, je vybrána ze skupiny produktů jako jsou ovocné šťávy, ovocná pyré, zeleninové šťávy, emulze z oleje ve vodě, živé buňky fermentoru vývaru a enzymy vývaru.
5. Způsob podle nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , že i druhým médiem je tlakový plyn o hustotě alespoň $0,5 \text{ g/cm}^3$.

2

6. Způsob podle jednoho z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že extrahovaná látka je esence, farmaceutický nebo chelatový kov.
7. Způsob podle jednoho z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že probíhá za teploty od -10°C do 200°C .
8. Způsob podle jednoho z předcházejících nároků, v y z n a č u j í c í s e t í m , že probíhá při tlaku od $2 \times 10^5\text{ Pa}$ do $7 \times 10^5\text{ Pa}$.
9. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že extrahovaná látka je esence, přičemž porézní membránové prvky jsou univerzální a tlakovým plynem je CO_2 , přičemž pohyby CO_2 a druhého média po opačných plochách porézních membránových prvků jsou protisměrné a alespoň jedno médium obsahuje esenci k extrakci, přičemž druhé médium spouží jako médium extrakční.
10. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 9, v y z n a č u j í c í s e t í m , že tlakový plyn je plynem ze skupiny methan, ethan, propan, butan, isobutan, ethen, propen, hydrofluorkarbon, tetrafluormetan, chlorodifluormethan, dinitrogen monoxid, sulfur hexafluorid, amoniak a methyl chlorid.
11. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í s e t í m , že hydrofluorkarbon je vybrán ze skupiny obsahující fluorinové methany, ethany a propany.
12. Zařízení pro extrakci látky z média, sestávající z přívodů pro dodávku dvou médií, kdy v tlakovém modulu je uložen svazek membránových prvků, přičemž stěny membránových prvků slouží jako rozhraní mezi těmito dvěma médii, přičemž jedno médium je přiváděno do tlakového modulu buď na vnější nebo na vnitřní povrch

membránových prvků a druhé médium je přiváděno vždy na opačný ato buď na vnější nebo na vnitřní povrch membránových prvků, přičemž alespoň jedno medium obsahuje látku určenou k extrakci a druhé médium pak slouží jako médium extrakční, a při extrakci je látka podél membránových prvků vylučována díky svému koncentračním gradiendu mezi médii a potom je regemnerovna v separátoru, v y z n a č u j í c í s e t í m , že membránové prvky (28) jsou porézní a univerzální pro extraktované látky, přičemž jeden z přívodů (12,14) médií je přívodem tlakového plynu.

13. Zařízení podle nároku 12, v y z n a č u j í c í s e t í m , že k tlakovému modulu (16) se svazkem membránových prvků (28) je napojen kapalinový vstup (36) a kapalinový výstup (38), dále také plynový vstup 40 a plynový výstup 42 pro stlačený plyn ústící vždy k opačnému a to buď k vnějšímu povrchu (46) nebo k vnitřnímu povrchu (44) membránových prvků (28).

14. Zařízení podle nároku 13, v y z n a č u j í c í s e t í m , že kapalinový vstup (36) a kapalinový výstup (38), dále také plynový vstup (40) a plynový výstup (42) pro stlačený plyn jsou upraveny tak, že jejich výstupní konce ústící vždy k opačnému a to buď k vnějšímu povrchu (46) nebo k vnitřnímu povrchu (44) membránových prvků (28) jsou orientovány protisměrně.

15. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 14, v y z n a č u j í c í s e t í m , že před tlakovým modulem (16) je uspořádán tlakový zásobník (24).

16. Zařízení podle nároku 15, v y z n a č u j í c í s e t í m , že tlakový zásobník (24) obsahuje oddělovací prvek uložený mezi dvěma médii.

17. Zařízení podle nároku 16, v y z n a č u j í c í s e t í m , že oddělovacím prvkem je membrána (26).

18. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 17, v y z n a č u j í c í s e t í m , že mezi přívodem (12) a výstupem ze zařízení jsou uspořádány kontrolní jednotky toku médií jako jsou ovládací jednotka (22), tlakový zásobník (24), kapalinové čerpadlo (70), plynový vstupní ventil (72), kapalinový vstupní ventil (74) a druhý plynový ventil (76).

19. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 18, v y z n a č u j í c í s e t í m , že mezi přívodem (12) a výstupem ze zařízení jsou uspořádány kontrolní jednotky pro měření průtoku médií jako jsou kapalinový průtokoměr (82), plynový průtokoměr (86) a detektor (90).

20. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 19, v y z n a č u j í c í s e t í m , že do tlakového zásobníku (24) ústí zpětné kapalinové vedení (98).

21. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 20, v y z n a č u j í c í s e t í m , že svazek membránových prvků (28) je tvořen porézními dutými vlákny.

22. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 21, v y z n a č u j í c í s e t í m , že dutá porézní vlákna (28) jsou vyrobena z materiálu ze skupiny polypropylen, polyetylén, polytetrafluoroethylénu, polyvinyliden difluoridu, nylonu, polysulfonátu, polykarbonátu, polyesteru acetátové celulózy, nitrátové celulózy nebo akryliku.

23. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 22, v y z n a č u j í c í s e t í m , že průměr pórů porézních dutých vláken (28) je od $0,001\mu\text{m}$ do $1\mu\text{m}$ a tlouška stěny je od 0,005 do 3 mm.

24. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 23, v y z n a č u j í c í s e t í m , že průměr pórů poréz-
ních dutých vláken (28) je od $0,1\mu\text{m}$ do $0,2\mu\text{m}$ a tlouška stěny je
od 0,2 do 0,6 mm.

25. Zařízení podle jednoho z nároků 12 až 24, v y z n a č u j í c í s e t í m , že póry porézních du-
tých vláken (28) jsou symetrické.

PV 673 - 97

ÚRAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ
PŘÍL.

19. V. 97

DOŠLO

037968

č. j.

1/3

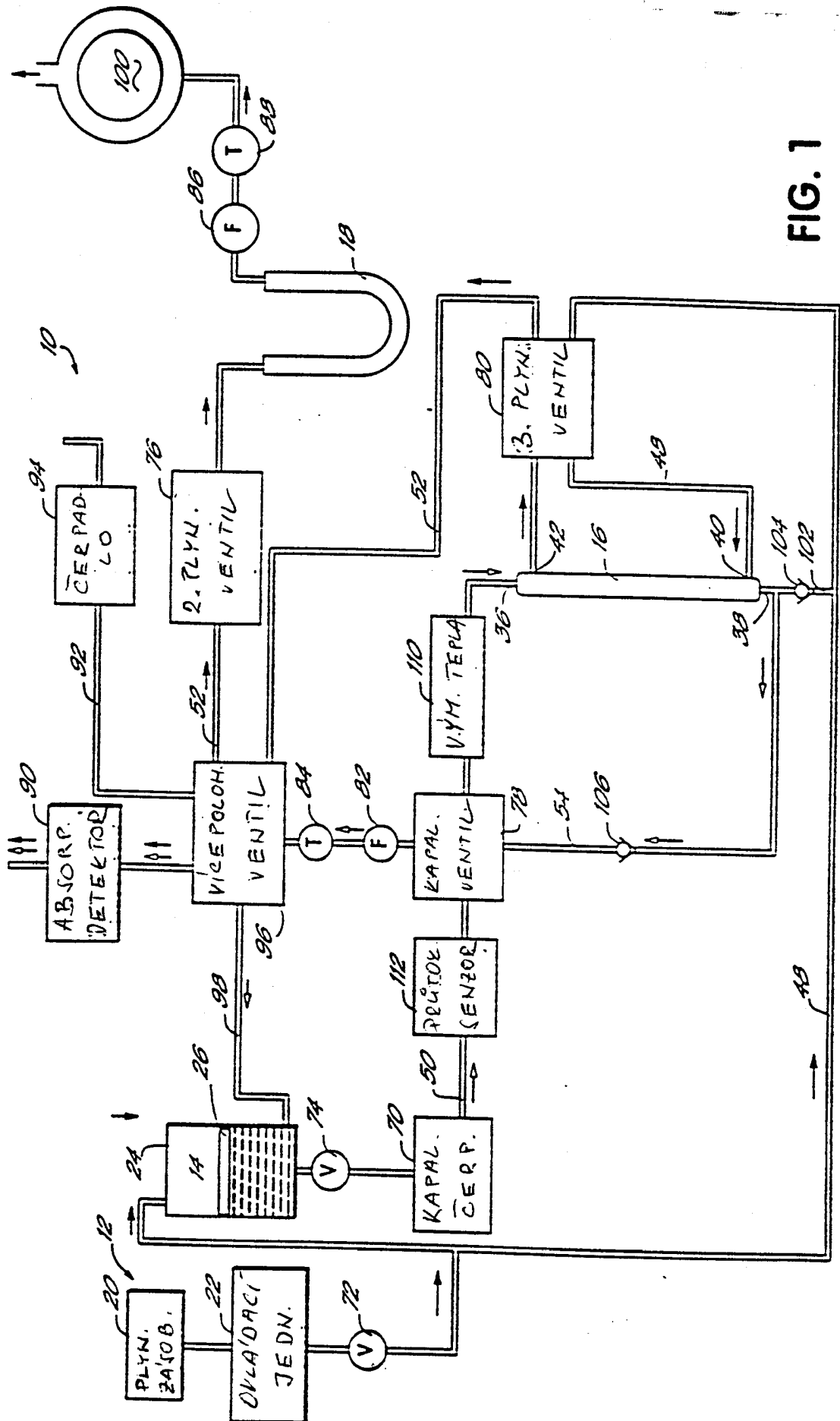


FIG. 1

PV 673-97

UŠAD
PRŮMYSL JVEHO
VLASTNICTVÍ
PŘÍL.

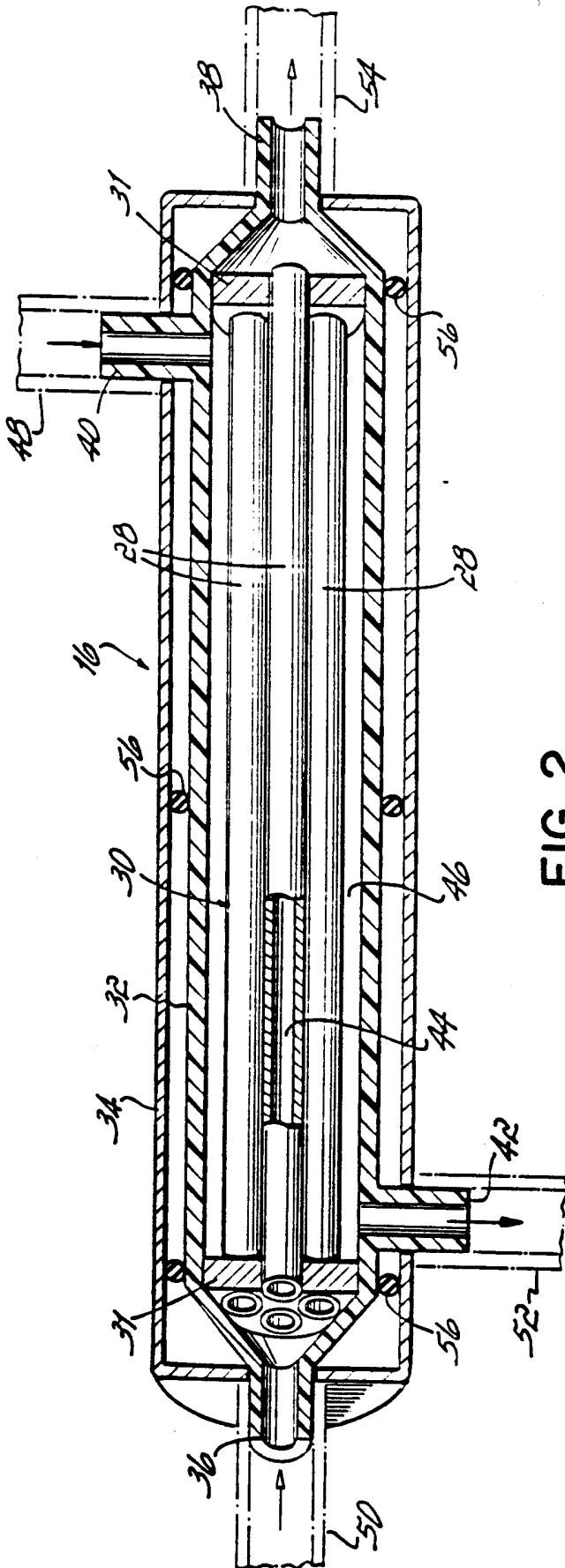
19. V. 97

DOŠLO

037968

č. j.

2/3



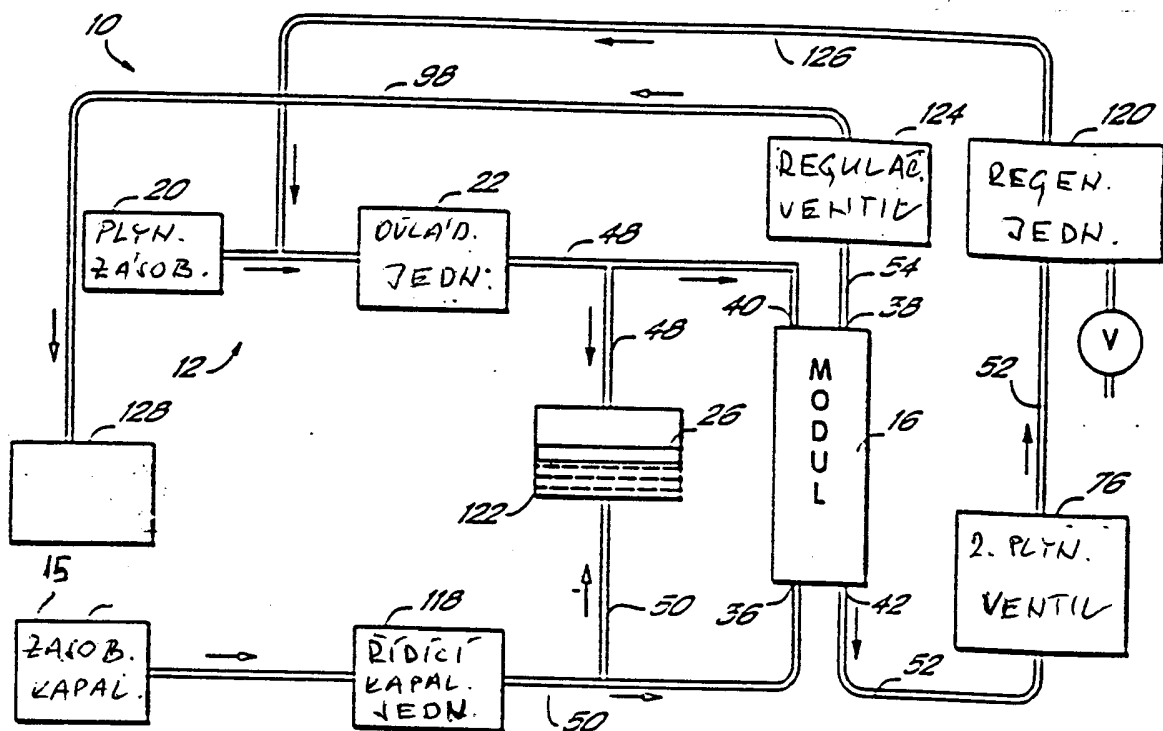


FIG. 3

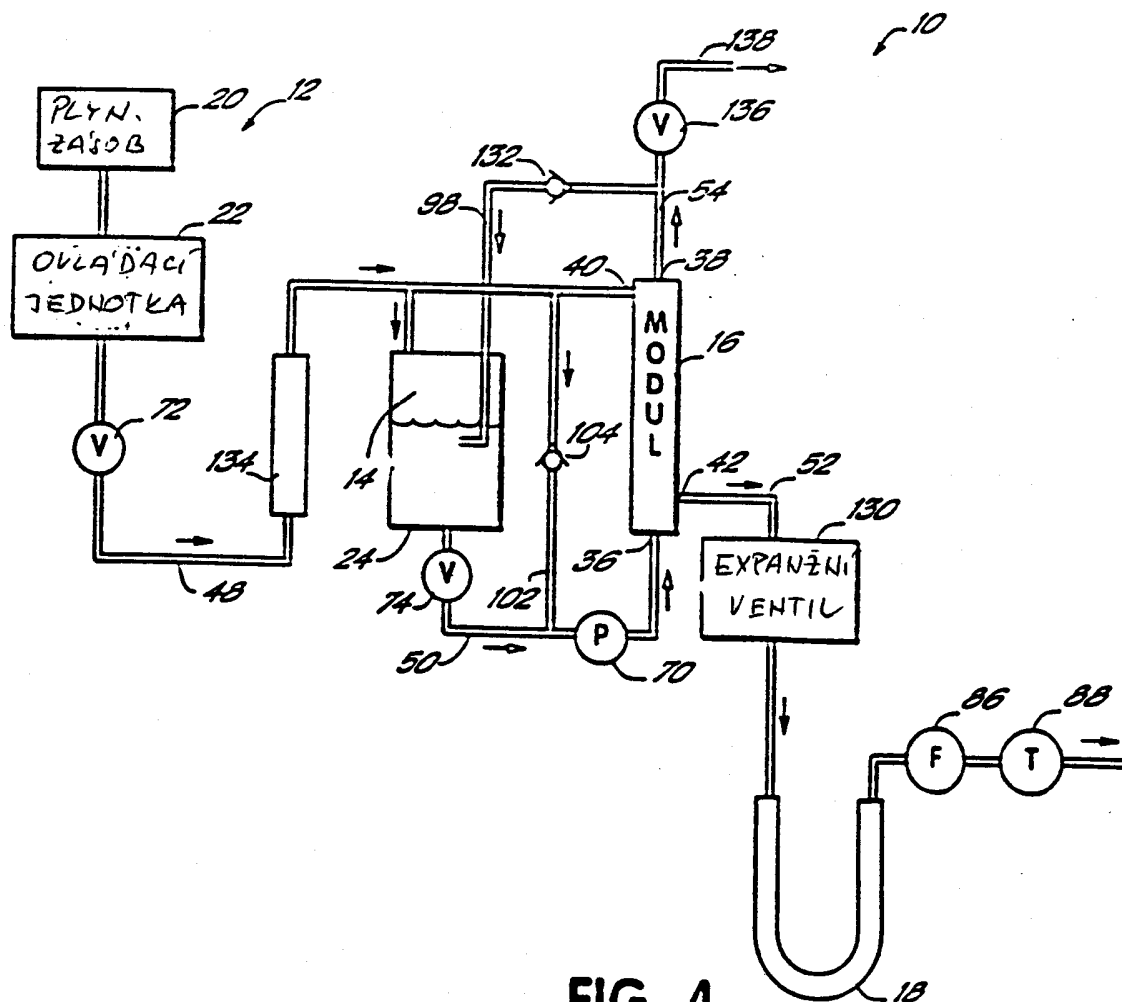


FIG. 4