

Warszawa, 12 września 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21815.

Kl. 12 a, 5.

Imperial Chemical Industries Limited
(Londyn, Wielka Brytania).

Sposób destylacji substancji stałych oraz aparat do wykonywania tego sposobu.

Zgłoszono 7 maja 1934 r.

Udzielono 8 lipca 1935 r.

Pierwszeństwo: 9 maja 1933 r. (Niderlandy).

Wynalazek dotyczy destylacji materiałów stałych w próżni w celu oddzielania składników lotniejszych od mniej lotnych.

Pewne substancje stałe albo ich składniki, których nie można destylować pod ciśnieniami zwykłymi, można destylować w próżni pod ciśnieniem, wynoszącym tysięczne części milimetra słupka rtęci, i to w takich temperaturach, w których nie zachodzi rozkład żądanych produktów. Sposób takiej destylacji jest przedmiotem niniejszego patentu, przyczem powierzchnia materiału, podlegającego destylacji, i powierzchnia skraplania znajdują się bardzo blisko siebie.

Pomimo tego, że taki sposób postępowania stosowany był z powodzeniem do cieczy, mianowicie do substancji ciekłych w warunkach, istniejących w retorcie, jednakże zastosowanie tego sposobu do ciał stałych nastręcza szczególne trudności: trudność ogrzewania substancji stałych w próżni, trudność wprowadzania i usuwania stałych materiałów z aparatu, jako całości, a zwłaszcza z powierzchni destylacyjnej i skraplającej, wreszcie trudność prowadzenia procesu w sposób ciągły przez stałe dodawanie do retorty destylacyjnej materiału, przeznaczonego do destylacji, oraz stałe usuwanie zeń destylatu i pozostałości destylacyjnych.

Zgodnie z wynalazkiem, materiał, przeznaczony do destylacji albo do rozfrakcjonowania przez destylację zawiesza się, najlepiej w stanie mialko rozdrobnionym, albo rozpuszcza w środowisku ciekłym. Zamiast

środowiska ciekłego można zastosować środowisko stałe, łatwo topliwe i utrzymywane w aparacie w stanie ciekłym. Zawiesinę albo roztwór poddaje się następnie destylacji w temperaturze odpowiedniej w próżni pod ciśnieniem, wynoszącym 10^{-3} do 10^{-5} mm słupka rtęci.

Jeśli rozcieńczalnik jest nietlotny, to ciało stałe albo jego składniki, lotne w danych warunkach, destylują lub sublimują na powierzchni chłodnicy i są usuwane bez przerwy albo od czasu do czasu.

Jeśli rozcieńczalnik jest co najmniej częściowo lotny, to wydestylowane lub wysublimowane ciało stałe wraz z destylatem rozcieńczalnika, który w dalszym ciągu działa rozpuszczająco lub rozpraszająco, łatwiej spływa nadół po powierzchni chłodnicy i łatwiej jest je zbierać.

Jeśli rozcieńczalnik jest lotny, to służy również jako środowisko, w którym zostaje zawieszona wydestylowana lub wysublimowana ciecz stała, pozostałość zaś na powierzchni destylacyjnej jest co najmniej częściowo stała i musi być usuwana bez przerwy albo od czasu do czasu.

Usuwanie stałego destylatu produktów wysublimowanych albo pozostałości destylacyjnych można uskutecznić, opłukując powierzchnię destylacyjną i powierzchnię skraplającą cieczą zasadniczo nietłotną, albo oczyszczając je zapomocą odpowiedniej skrobaczki.

Do zbierania destylatu w kolejnych frakcjach mogą służyć odbieralniki, zmieniane w odpowiednich odstępach czasu albo w odpowiednich przedziałach wzrostu temperatury. Według wynalazku do tego celu zastosowano aparat, którego chłodnica na całej swej długości jest zaopatrzona w określonych odstępach w osobne zbiorniki. Urządzenie takie uwidoczniiono na rysunku.

Cyfra 1 oznaczono pionową rurę zewnętrzną z pierścieniami występnymi 2, rozmieszczonymi w odstępach na całej jej długości. Rura wewnętrzna 3 jest zakończona

zaokrąglonym, zamkniętym górnym końcem 4, który służy do rozprowadzania po powierzchni rury wewnętrznej 3 materiału, przeznaczonego do destylacji. Materiał ten w postaci zawiesiny lub roztworu przeznaczonych do destylacji ciał stałych doprowadza się do aparatu z naczynia 5, z którego spływa ciekłym strumieniem po zewnętrznej stronie rury wewnętrznej 3, zawierającej grzejnik 7, przedstawiony na rysunku jako opornik elektryczny. Rura zewnętrzna 1 jest chłodzona z zewnątrz wodą, spływającą z szeregu przewodów pierścieniowych 8 do lejków 9, otaczających występy pierścieniowe 2. W ten sposób rura zewnętrzna 1 jest chłodzona strumieniem wody bieżącej, spływającej po jej powierzchni zewnętrznej, przyczem woda zbiera się w naczyniu pierścieniowym 10, z którego jest odprowadzana rurą 11.

Występy 2 są zaopatrzone w rurki 12, połączone ze zbiornikami 13. Pozostałości destylacyjne z dolnego końca rury zewnętrznej 1 odprowadza się przewodem 14 do zbiornika 15. Próżnię wytwarza się przez rurę 16.

Cenny produkt destylacji można otrzymywać w postaci destylatu, w postaci wysublimowanej albo w postaci stałej pozostałości. Jeśli produkt jest rozpuszczony lub zawieszony w cieczy lub zestalonym rozcieńczalniku ciekłym, wówczas można go wyosabiać znanymi środkami, np. przez ekstrakcję, odwirowanie, sączenie i t. d.

Sposób według wynalazku ma bardzo szerokie zastosowanie nie tylko do wytwarzania ciał stałych przez destylację lub frakcjonowanie, lecz także do wytwarzania ciekłych albo ciekłych i stałych frakcji przez destylację materiałów stałych, zawierających frakcje ciekłe, jako takie, lub podlegających przemianie chemicznej na produkty ciekłe. Głównym zastosowaniem wynalazku jest oczyszczanie ciał stałych lub wydzielanie ich z mieszaniny z innymi ciałami stałymi.

Przykładem zastosowania niniejszego wy-
 nastawu jest np. wyosabianie lub stężenie
 czynnych składników w stałych woskach i traw
 lub z ich części albo z substancji dzwiesz-
 cych, np. wyosabianie cząstek nieroz-
 puszczalnych przez destylację niewielkiej ilości
 rozpuszczonego w oleju Kofeiny można wydestylowywać z herbaty albo
 kawy, zawieszonych w oleju. Niepożądane
 lotne produkty uboczne albo zanieczyszcze-
 nia można wydestylować z roztworów albo
 zawiesin żywych fenoli, aldehydów, drabio-
 nów, żywic syntetycznych lub naturalnych w
 rozcieńczeniu, dostatecznie wysokim
 punkcie wrzenia. Stałe barwniki i produkty
 pośrednie można oczyszczać lub wyosabiać
 z zawierających je mieszanin stałych. Aliza-
 ryne można wydestylować z zawiesziny roz-
 tartej marzanny barwierskiej w oleju.
 Jak wynika z poprzedniego opisu, można
 stosować różne środki do zawieszania lub
 rozpuszczania ciał. Najlepiej dobierać takie,
 w których najłatwiej powstaje zawiesina ciał
 stałych, przeznaczona do destylacji, i które
 same destylują dostatecznie szybko, dostar-
 czając dostateczną ilość skroplin do wymy-
 cia albo rozpuszczenia wydestylowanego cia-
 ła stałego. W tych warunkach stosowanie
 skrobaczek albo specjalnej cieczy płócnej,
 w celu usuwania wydestylowanego ciała sta-
 łego ze ścianek chłodnicy, staje się zbędne.

Środkami, odpowiadającymi warunkom
 powyższym, są wysokowrzące albo nietłotne
 frakcje olejów mineralnych lub roślinnych,
 np. olej lniany albo olej gęsty.

Przykład I. Surowy β -aminoantrachinon
 (o punkcie topnienia 297°C) miesza się z
 równą w przybliżeniu ilością wagową oleju,
 znanego pod nazwą handlową „Apiezon K”.
 Olej ten nie daje się destylować w warun-
 kach, utrzymywanych w retortie destyla-
 cyjnej. Mieszaninę doprowadza się na po-
 wierzchnię grzejnej retorty, utrzymywane w
 temperaturze około 120°C , a destylację pro-
 wadzi się w próżni pod ciśnieniem, wynoszą-

ciem około 10^{-2} mm słupka rtęciowego, przy-
 czem powierzchnia grzejna i powierzchnia
 skraplająca znajdują się wewnątrz retorty w
 odległości 1 — 2 cm. Stały destylat jest
 czystym β -aminoantrachinonem (punkt top-
 nienia 311°C), jedyną przysztetą, która może mu
 przeciwstawić zanieczyszczenia, tworząc pozosta-
 łość, usuwaną wraz z olejem nietłotnym. De-
 stylat usuwa się z powierzchni skraplającej
 przez skrobienie, które jest ciekłym środkiem.

Przykład II. Surowy β -aminoantrachinon
 (o punkcie topnienia 297°C) miesza się z
 równą w przybliżeniu ilością oleju, znanego
 pod nazwą handlową „Apiezon A”, który
 destyluje całkowicie w temperaturze około
 140°C . Powierzchnię grzejną utrzymuje się
 w przybliżeniu w tej temperaturze. W tym
 przypadku stały destylat, a także czysty β -ami-
 noantrachinon, jest zmieszany z olejem,
 przyczem mieszaninę destylatu i środka cie-
 kłego usuwa się z retorty. Smolistę zanieczy-
 szczenia stałe albo półstałe pozostają na po-
 wierzchni grzejnej i są usuwane przez spłó-
 kiwanie albo skrobienie.

Przykład III. W celu oczyszczenia su-
 rowego orto-anizydydii kwasu β -oksynafto-
 esowego miesza się go z olejem lnianym gę-
 stym, który przy destylacji pod wskazanym
 ciśnieniem zmniejszonym w temperaturze
 około 200°C , i destyluje się. Destylat
 surowego materiału i oleju stałego doprowa-
 dza się w próżni, określonej wyżej, na po-
 wierzchnię, ogrzaną w przybliżeniu do
 około 200°C , i destyluje się. Destylat
 skrapla się na powierzchni, leżącej bar-
 dzo blisko (w odległości 1 — 2 cm od
 powierzchni destylacyjnej). Pozostałość i
 destylat zawierają składniki stałe i cie-
 kłe. Stałą część destylatu stanowi ma-
 teriał oczyszczony, który po usunięciu z
 aparatu oddziela się odpowiednio od cieczy.
 Stałą pozostałość albo stały destylat można
 dalej frakcjonować w razie potrzeby, ciekłą
 zaś pozostałość i ciekły destylat można za-
 stosować ponownie do obróbki dalszej ilości
 materiału surowego. Całkowity proces moż-

na wykonywać z przerwami albo w sposób ciągły.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób destylacji substancyj stałych, znamienny tem, że stały materiał, przeznaczony do destylacji, rozprasza się lub rozpuszcza w odpowiednim środku ciekłym albo w środku, który jest ciekły w temperaturze destylacji, i otrzymaną zawieszinę albo roztwór poddaje destylacji w temperaturze odpowiedniej w próżni pod ciśnieniem, wynoszącym 10^{-3} — 10^{-4} mm słupka rtęci, zbierając kolejne frakcje destylatu w razie potrzeby osobno.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że do rozpraszania lub rozpuszczania w warunkach destylacji stosuje się środek częściowo lub całkowicie lotny.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że jako środek do rozpraszania lub rozpuszczania stosuje się wysokowrzącą frakcję oleju mineralnego albo olej gęsty.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3 w zastosowaniu do wyosobniania żeńskiego hormonu płciowego z łożyska przez destylację, znamienny tem, że łożysko zawiesza się w oleju.

5. Sposób według zastrz. 1 — 3 w zastosowaniu do wyosobniania lub oczyszczania barwników stałych albo produktów pośrednich, znamienny tem, że destylacji poddaje się mieszaninę stałą w postaci zawiesiny albo roztworu.

6. Aparat do wykonywania sposobu obróbki substancyj stałych według zastrz. 1 — 5, znamienny tem, że jest zaopatrzony w pionową, ogrzewaną rurę wewnętrzną, zamkniętą w górnym końcu i połączoną z naczyniami do zbierania kolejnych frakcyj destylatów, oraz w oziębianą rurę zewnętrzną, otaczającą rurę wewnętrzną, przyczem podczas wykonywania sposobu w przestrzeni między wewnętrzną i zewnętrzną rurą zostaje wytworzona próżnia, po zewnętrznej powierzchni rury wewnętrznej spływa mieszanina materiału destylowanego wraz z ciekłym środkiem, użytym do rozpuszczania lub rozpraszania, a na powierzchni wewnętrznej rury zewnętrznej zbiera się destylat, spływający do naczyń, odpowiednio rozmieszczonych.

Imperial Chemical
Industries Limited.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

