

URZĄD
PATENTOWY
PRLPatent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.IV.1966 (P 114 282)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.XI.1969

Kl. 12 a, 5

MKP B 01

3/36

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr inż. Jerzy Szuba, mgr inż. Alfred Rab-
czukWłaściciel patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego,
Gliwice (Polska)**Sposób rektyfikacji substancji wieloskładnikowych,
wysokowrzących i wysokokrzepnających**

1

Wynalazek dotyczy sposobu rektyfikacji substancji wieloskładnikowych, wysokowrzących i wysokokrzepnających.

Proces rektyfikacji wieloskładnikowych, wysokowrzących i wysoko krzepnających substancji w zakresie kondensacji i odbioru produktów z kolumny napotyka na duże trudności spowodowane resublimacją i zatykaniem skraplacza i przewodów.

W celu uniknięcia tych zakłóceń przy rektyfikacji wyżej wymienionych substancji stosowano przeponowe skraplacze z medium pod ciśnieniem na przykład z wodą, lub dwustopniowe skraplacze z wrzącym medium pośrednim. Tylko częściowo zapobiegało to zatykaniu się skraplacza i przewodów, a proces był bardziej skomplikowany technicznie.

Wszystkich tych niedogodności unika się prowadząc rektyfikację sposobem według wynalazku.

Sposób według wynalazku polega na tym, że na szczyt kolumny wprowadza się ciecz o temperaturze wrzenia niższej od temperatury wrzenia najniżej wrzącego składnika substancji poddawanej rektyfikacji i która posiada własność rozpuszczania wszystkich składników tej substancji.

Ciecz ta styka się bezpośrednio z parami wychodzącymi z kolumny i sama odparowując, wykrapla te pary. Po odparowaniu na szczycie kolumny, pary tej cieczy zwanej dalej obcą flegmą wchodzi do skraplacza, chłodzonego zimną wodą a po wykropleniu grawitacyjnie spływają z powro-

2

tem na szczyt kolumny. W ten sposób obca flegma znajduje się w ciągłej recyrkulacji. Regulację ilości krążącej flegmy obcej, potrzebnej do wykroplenienia par substancji wyżej wrzącej, rozwiązuje się regulując odpowiednio temperaturę na górnej półce. Jeżeli temperatura półki wzrasta oznacza to, że należy zwiększyć porcję krążącej flegmy.

Flegma obca powinna być obojętną substancją, niekorodującą i niereagującą chemicznie z rozdzielanymi składnikami.

Przy odpowiednio dużej różnicy temperatur wrzenia pomiędzy produktami rektyfikacji a flegmą obcą, zawartość jej zaniknie na kilka półek poniżej szczytu kolumny. Z tego miejsca mogą być odbierane produkty w postaci ciekłej. W przypadku jeżeli flegmą obcą jest substancja, która nie przeszkadza lub też jest potrzebna ze względu na dalsze procesy oczyszczania, to ciekły produkt odbierać należy z półki z pewną jej zawartością. Na przykład gdy obca flegma obniża temperaturę krzepnięcia produktu, ułatwia to znacznie dalszy proces rozpuszczenia i krystalizacji lub ekstrakcji tego produktu. W tym przypadku najlepiej dobrać jako rozpuszczalnik tę samą ciecz, którą używa się jako obcej flegmy.

Sposobem według wynalazku prowadzić można proces rektyfikacji, w którym do kolumny lub do retorty w celu obniżenia ciśnienia cząstkowych substancji rozdzielanej, a co za tym idzie również obniżenia temperatury odparowania, wprowadza się

substancje niskowrzące. W tym przypadku ciecz stanowiąca obcą flegmę stanowi jednocześnie ciecz, która obniża ciśnienia cząstkowe substancji rozdzielanej.

Sposób według wynalazku można prowadzić w kolumnach rektyfikacyjnych zaopatrzonych w zwykłe skraplacze chłodzone wodą, wykluczając możliwość zatkania skraplacza lub przewodów ponieważ produkt odbiera się w postaci ciekłej wprost z półki.

Sposób według wynalazku nadaje się zwłaszcza do rektyfikacji mieszanin zawierających takie składniki jak naftalen, acenafteń, fluoreny, fenantren, antracen, karbazol, piren, bezwodnik ftalowy, ester dwumetylowy kwasu tereftalowego.

Przykład. Przeprowadzono rektyfikację 18 kg antracenu surowego o zawartości 6,4% karbazolu i 26,2% antracenu. Rektyfikację prowadzono pod normalnym ciśnieniem w kolumnie metalowej o średnicy wewnętrznej 50 mm, wypełnionej trójkątnymi zwiłkami z drutu kantelowego o wymiarach 4,5 × 4,5 mm. Wysokość kolumny wynosiła 170 cm. Kocioł kolumny był ogrzewany elektrycznie i zaopatrzony był w króciec do dozowania rozpuszczalnika. Szczyt kolumny zaopatrzony był w króciec do odbioru ciekłego produktu i do dozowania rozpuszczalnika jako flegmy. Na kolumnie umieszczony był skraplacz chłodzony zimną wodą.

Na początku rektyfikacji odbierano 3,5 kg przedgonu do temperatury 325°C na szczycie kolumny, który odrzucono. Po odebraniu przedgonu włączono dozowanie toluenu do kotła kolumny z szybkością około 60 ml/godz., przy tej ilości toluenu temperatura par poniżej odbioru ciekłej frakcji wynosiła około 280°C, a poniżej skraplacza nieco wyżej od 110°C (temperatura wrzenia toluenu).

Na szczyt kolumny podawano również toluen ja-

ko obcą flegmę w celu wykroplenia par oleju. Ilość krążącego toluenu w głowicy ustalono tak, że w odbieranych ciekłych frakcjach znajdowało się przeciętnie 30% toluenu. Tę ilość toluenu trzeba było uzupełnić dozując odpowiednio więcej toluenu na szczyt kolumny. Dzięki temu odbierane frakcje zamiast 160—190°C posiadały temperaturę zaniku kryształów poniżej 95°C a w temperaturze 60°C po wytrąceniu kryształów były jeszcze „płynne”. Uniknięto w ten sposób krzepnięcia w przewodach i ułatwiono dalszy proces rozpuszczenia frakcji i krystalizacji.

Łączna ilość odebranych frakcji antracenowo-fenantrenowej wynosiła 8,0 kg (z pominięciem rozpuszczalnika). W czasie odbioru frakcji ustalono refluks 8:1, szybkość odbioru frakcji wynosiła 320 g/godz.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rektyfikacji substancji wieloskładnikowych, wysokowrzących i wysokokrzepnących, w kolumnach rektyfikacyjnych zaopatrzonych w skraplacze, **znamienny tym**, że na szczyt kolumny rektyfikacyjnej wprowadza się ciekłą substancję o temperaturze wrzenia niższej niż temperatura wrzenia najniższego wrzącego składnika rozdzielanej substancji, oraz posiadająca własność rozpuszczania składników rozdzielanej substancji, przy czym produkt rektyfikacji odbiera się w postaci ciekłej z półki poniżej szczytu kolumny.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wprowadzana na szczyt kolumny ciekła substancja o temperaturze wrzenia niższej niż temperatura wrzenia najniższego wrzącego składnika substancji poddawanej rektyfikacji — jest wprowadzana do kolumny lub retorty jako ciecz obniżająca ciśnienia cząstkowe substancji poddawanej rektyfikacji.