



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 27.12.73 (P. 167649)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.02.75

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1977

MKP
G01n 31/08
B01d 53/00

Int. Cl.²
G01N 31/08
B01D 53/00

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Specjalne Konstruktorskie Biuro Akademii Nauk
Estonkiej SSR, Tallin (Związek Socjalistycznych
Republik Radzieckich)

Urządzenie do rozdzielania przepływającej mieszaniny na frakcje w chromatografii

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do rozdzielania przepływającej mieszaniny substancji na frakcje w chromatografii.

Znane są np. z opisów patentowych Wielkiej Brytanii nr 887 223 kl BOLD 53/00 i nr 1 114 596 kl. BOLD 53/00 urządzenia do ciągłego rozdzielania chromatograficznego mieszanin gazów i par na dwie frakcje z zastosowaniem ruchomej warstwy sorbenta.

Według opisu patentowego nr 1 114 596 kolumna chromatograficzna obraca się, a kanały do wprowadzania i odprowadzania strumieni gazowych są nieruchome. Dla regeneracji kolumny od ciężkiej, falistej sorbującej się, frakcji stosuje się programowanie temperatury sekcji regeneracyjnej. Realizuje się to dzięki temu, że kolumna przemiana jest strumieniem gazu w kierunku przeciwnym do ruchu kolumny. Przy tym strumień ten wprowadzany jest między punktami odprowadzania rozdzielonych frakcji, po przeciwnej stronie do punktu wprowadzania mieszaniny, określony kierunek strumienia zapewniony jest zamknięciem kolumny między punktami wprowadzania gazu-nośnika i odprowadzaniu lekkiej frakcji. Zamknięcia kolumny dokonuje się przez odłączenie części kolumny między wspomnianymi punktami. W celu zwiększenia prędkości desorpcji ciężkiej frakcji stosowane są środki do zmiany i regulacji temperatury sekcji regeneracyjnej. Cały układ kolumn utrzymywany jest w dwóch różnych temperaturach z powtarzającym się nagrzewaniem i chłodzeniem poszczególnych części. Minimalna liczba sekcji kolumn wynosi 8, przy czym zawory do wprowadzania i od-

2

prowadzania strumieni gazów rozmieszczone są na całej długości sekcji kolumny.

Znane urządzenia do ciągłego chromatograficznego rozdzielania mieszaniny gazów i par mają szereg wad konstrukcyjnych, z których w pierwszej kolejności należy wymienić obecność wzajemnie ocierających się powierzchni, których pełna hermetyzacja jest trudna.

Celem niniejszego wynalazku jest usunięcie wspomnianych wad. Zadaniem technicznym wynalazku jest opracowanie takiego urządzenia do rozdzielania w chromatografii ciekłej mieszaniny substancji na frakcje, w którym chromatograficzny układ kolumn oraz system wprowadzania i odprowadzania ciekłego ośrodka pozwoliłyby uniknąć konieczności stosowania trących się powierzchni i zwiększyć wydajność rozdzielania mieszaniny.

Zadanie to zostało rozwiązane w urządzeniu do rozdzielania ciekłej mieszaniny substancji na frakcje, zawierającym kolumny chromatograficzne połączone szeregowo w zamkniętą pętlę i kanały do wprowadzania rozdzielanej mieszaniny, gazu-nośnika i do odprowadzania rozdzielonych frakcji według wynalazku, w którym pętla kolumn chromatograficznych dostosowana jest do przepuszczenia jednocześnie dwóch niezależnie strumieni przepływającego ośrodka przez poszczególne szeregowo połączone odcinki, z których przynajmniej jeden złożony jest z co najmniej dwóch stopni, na przejściu między którymi znajduje się doprowadzenie dla rozdzielanej mieszaniny, przy czym kanały na wejściach i wyjściach stopni chromatograficznej pętli kolumn i kanały przejściowe między nimi połączone są z wielopozycyjnym urządzeniem przełączającym, przy

którego przełączeniu w każde następne położenie co najmniej jeden stopień odcinka pętli chromatograficznej włączony jest w linię następującego po nim odcinka, w wyniku czego w każdym następnym położeniu urządzenia przełączającego każdy ze wspomnianych niezależnych strumieni będzie przechodził przez odcinek, w którym co najmniej jeden ze stopni został zamieniony na następny w chromatograficznej pętli kolumn.

Inny wariant wynalazku polega na tym, że we wspomnianej pętli znajdują się trzy oddzielne stopnie-kolumny z kanałami na końcach i na przejściach między nimi zaopatrzone w sterowane zawory i urządzenie do periodycznego przełączania wspomnianych zaworów w ten sposób, że w każdym położeniu tego urządzenia dwa stopnie-kolumny połączone są w jeden ciąg do przepuszczania pierwszego niezależnego strumienia, a drugi strumień może być przepuszczalny przez trzeci stopień-kolumnę, przy czym w następnym położeniu urządzenia przełączającego kolumna, przez którą przepuszczany był przedtem drugi strumień, zostaje ostatnią w nowo utworzonym dwustopniowym ciągu kolumn chromatograficznych.

Wynalazek, zgodnie z jednym z jego wariantów, może zawierać źródło rozdzielanej przepływającej mieszaniny dołączone do kanału przejściowego między sąsiednimi stopniami-kolumnami jednego ciągu, a drugi ciąg pętli dołączony do źródła ośrodka podawczego w celu regeneracji.

Inny wariant wynalazku polega na tym, że wszystkie stopnie kolumny są identycznej konstrukcji i wymiarów i stawiają jednakowy opór przepływającemu ośrodkowi.

W urządzeniu według wynalazku, do przejścia między dwiema połączonymi strumieniami-kolumnami jednego ciągu gazowego doprowadzana jest ciągłym strumieniem rozdzielana mieszanina, do początkowego doprowadzania pierwszego stopnia-kolumny tego samego ciągu doprowadza się gaz-nośnika i z końca ostatniego stopnia kolumny tego ciągu doprowadza się względnie lekką słabiej sorbującą się frakcję, a następnie pierwszy w odniesieniu od kierunku ruchu gazu-nośnika-kolumnę tego ciągu wyłącza się tworząc z niego oddzielny ciąg gazowy wraz z pozostałą w nim względnie ciężką, silniej sorbującą się frakcją i przedmucha się strumieniem regenerującym, przy czym wspomniana pozostała w stopniu-kolumnie część ciężkiej frakcji odprowadzana jest z końca wyłączonego jako oddzielny ciąg gazowy, stopnia-kolumny i równocześnie z tym, ostatni pozostały stopień-kolumna włączony zostaje we wspólny ciąg gazowy z poprzedzającym go w odniesieniu do strumienia gazu-nośnika stopniem-kolumną stanowiącym uprzednio oddzielny ciąg i proces się powtarza.

Inny wariant wynalazku polega na tym, że do wejściowego kanału dwustopniowego odcinka pętli chromatograficznej doprowadzany jest gaz regulujący.

W niektórych wypadkach celowe jest stosowanie w charakterze gazu-nośnika względnie ciężkiej frakcji rozdzielanej mieszaniny.

W urządzeniu do regeneracji kolumny przez usunięcie ciężkiej (silniej sorbującej się) frakcji stosuje się programowanie strumienia gazu-nośnika w sekcji regeneracyjnej. Osiąga się to w ten sposób, że kolumny przemywane są kolejno dwoma niezależnymi strumieniami gazu w kierunku „obrotu” pętli chromatograficznej (przez obrót pętli należy rozumieć przemieszczanie się punktów wprowadzania do kolumn i odprowadzania z nich strumieni gazów).

Strumienie są wprowadzane w pobliżu punktów odpro-

wadzenia rozdzielonych frakcji na przejściach między stopniami-kolumnami od strony kierunku „obrotu” pętli chromatograficznej, odpowiedni kierunek strumieni zapewnia się przez zamknięcie kanału przejściowego między punktem doprowadzania gazu-nośnika i sąsiednim punktem odprowadzania frakcji.

Wyróżniającą właściwością urządzenia według wynalazku jest to, że proces rozdzielania mieszaniny z odbiorem słabiej sorbujących się składników i odbiór sorbujących się składników dokonywany jest za pomocą oddzielnych strumieni gazowych, przemieszczanie miejsc doprowadzania i odprowadzania których wzdłuż włączonych kolejno stopni-kolumn odbywa się jednocześnie z przełączaniem miejsca doprowadzenia rozdzielanej mieszaniny.

Pozwala to na przeprowadzenie całego procesu przy jednakowej temperaturze, ponieważ pozostawanie w tyle tylnej granicy strefy silnie sorbujących się składników kompensowane jest przez odpowiedni dobór strumieni gazów.

Rozdzielanie i odbiór lekkiej frakcji mieszaniny w czołowej części pasma chromatograficznego można przeprowadzić pod działaniem strumienia samej rozdzielanej mieszaniny (wariant analizy czołowej), a rozdzielanie pozostałej na nasadce pozostającej w równowadze mieszaniny gazowej przeprowadzać za pomocą dodatkowego strumienia gazu obojętnego.

W charakterze gazu regulującego korzystne jest stosowanie pary wodnej, którą można łatwo oddzielić od rozdzielanych substancji przez kondensację.

W odróżnieniu od znanych sposobów osiąga się otrzymywanie frakcji mieszanin gazów i par nie rozcieńczonych gazem obojętnym co stanowi duże udogodnienie praktyczne, ponieważ przy tym nie ma dodatkowego zużycia energii na oddzielanie otrzymywanych frakcji od gazu obojętnego.

Poza tym zastosowanie czynnika regulującego pozwala na regulowanie szybkości przemieszczania się tylnej części pętli chromatograficznej niezależnie od liniowej szybkości przemieszczania się czoła lekkiego składnika.

Przedmiot wynalazku jest uwidoczniony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1-6 przedstawiają urządzenie według wynalazku w kilku roboczych położeniach, fig. 7 - układ blokowy jednego z wariantów wykonania urządzenia chromatograficznego, fig. 8 - 10 - komutację elementów układu w trzech kolejnych pozycjach; fig. 11 - wariant wykonania bloku urządzeń komutacyjnych.

Urządzenie zawiera kilka, na przykład trzy kolumny chromatograficzne 1, 2 i 3 połączone ze sobą w zamkniętą pętlę za pomocą kanałów przejściowych 4, w których umieszczone są stosowane zawory przełączeniowe 5, 6 i 7 wykonane na przykład w postaci miniaturowych zaworów membranowych sterowanych przez urządzenie sterujące (nie pokazane na fig. 1 - 6) za pomocą sprężonego powietrza.

Każdy z kanałów przejściowych 4 zaopatrzony jest w doprowadzające linie gazowe 8, w którym zainstalowane są podobne zawory przełączeniowe 9. Linie gazowe 8 przeznaczone są do doprowadzania gazu z układu. Liczba doprowadzających linii gazowych 8, w które zaopatrzone jest każdy z kanałów przejściowych 4 określona jest przez łączną liczbę strumieni gazowych doprowadzanych do układu i odprowadzanych z niego.

Przy rozdzielaniu mieszaniny gazowej na dwie frakcje liczba doprowadzających linii gazowych wynosi pięć (do układu doprowadza się strumienie rozdzielanej mieszaniny i gazu-nośnika, a odprowadza się strumienie lekkiej

i ciężkiej frakcji mieszaniny rozcieńczone gazem-nośnikiem).

Na fig. 1 – 6 doprowadzające linie gazowe z zaworami w danej chwili zamkniętymi i nie mające zasadniczego znaczenia dla objaśnienia przebiegu procesu nie są pokazane. W takim położeniu przedstawionego na fig. 1 systemu gazowego urządzenia, kiedy zawór 6 w kanale przejściowym między kolumnami 1 podawany jest strumień W_1 gazu-nośnika, który z wyjścia tej kolumny kierowany jest do kolektora w celu zebrania „ciężkiej” frakcji, a przez kolumny 2 i 3 przepuszczany jest strumień W_2 gazu-nośnika, który z wyjścia kolumny 3 podawany jest do kolektora „lekkiej” frakcji (kolektory nie są na figurze pokazane).

Na początku procesu rozdzielania przy ustalonych strumieniach W_1 i W_2 gazu-nośnika do wejścia kolumny 3 zaczyna być podawany w sposób ciągły strumień rozdzielanej mieszaniny gazów (lub par) zawierającej, na przykład dwa składniki A i B, z których jeden (A) jest słabiej sorbowany. W miarę przesuwania się składników mieszaniny wzdłuż warstwy sorbenta w kolumnie 3 czoło przesuwanego się pasma chromatograficznego wskutek różnicy we współczynnikach podziału obu składników zaczyna wzbogacać się w „łżejszy” składnik A. Poczynając od pewnego momentu czasowego tj. kiedy czoło pasma chromatograficznego dochodzi do wyjścia kolumny 3, do kolektora służącego do zbierania lekkiej frakcji razem ze strumieniem W_2 gazu-nośnika przechodzi wzbogacana głównie w lekki składnik A frakcja mieszaniny. Stopień wzbogacania obliczanej lekkiej frakcji mieszaniny zależy od różnicy we współczynnikach podziału składników mieszaniny i od długości warstwy sorbenta w kolumnie. W zależności od rozdzielanej mieszaniny i zadanego stopnia wzbogacania dobiera się długość kolumny i warunki rozdzielania w niej (szybkość strumienia gazu-nośnika, szybkość podawania rozdzielanej mieszaniny i temperaturę kolumny). Odbiór lekkiej frakcji mieszaniny z wyjścia kolumny 3 i doprowadzenia rozdzielanej mieszaniny do wejścia kolumny 3 prowadzi się do chwili, w której do wyjścia kolumny 3 zbliży się strefa pasma chromatograficznego zawierająca rozdzielaną mieszaninę o zawartości składników A i B odpowiadającej stanowi równowagi (zakreskowany odcinek A+B kolumny na fig. 1). W tej chwili dokonuje się przełączenia systemu gazowego do położenia przedstawionego na fig. 2, w którym zawór 7 w kanale przejściowym między kolumnami 3 i 1 jest otwarty, a zawory 5 i 6 są zamknięte. W tej samej chwili dokonuje się przemieszczanie punktów doprowadzania i odprowadzania strumienia gazu-nośnika i miejsca doprowadzania rozdzielanej mieszaniny przez przełączenie zaworów 9 zainstalowanych na doprowadzających liniach gazowych 8. Od tej chwili strumień W_1 gazu-nośnika doprowadzany jest na wejście kolumny 2, strumień W_2 na wejście kolumny 1. Odprowadzenia strumieni gazów w pozycji systemu przedstawionej na fig. 2 dokonuje się z wyjścia kolumn 1 i 2. Proces rozdzielania zachodzący przy tym położeniu systemu w kolumnie 1 jest w pełni identyczny z wyżej opisanym procesem rozdzielania zachodzącym w kolumnie 3 w czasie poprzedzającym rozpatrywany moment.

Pozostała w kolumnie 3 część mieszaniny pod działaniem strumienia W_2 gazu-nośnika przepływa z kolumny 3 do kolumny 1. Przy tym tylna granica przemieszczającego się w kolumnie 3 pasma chromatograficznego zaczyna się wzbogacać w silniej sorbujący się składnik B mieszaniny.

Należy zaznaczyć, że przy jednakowej prędkości gazu-nośnika liniowa prędkość przemieszczania się przedniej

granicy strefy mieszanej A+B jest równa liniowej prędkości przemieszczania się ciężkiego składnika B, a liniowa prędkość przemieszczania się granicy tylnej tej strefy jest równa prędkości przemieszczania się lekkiego składnika A. Ale ponieważ przez kolumnę 3 przepływa strumień W_2 gazu-nośnika, a przez kolumnę 1 ten sam strumień rozdzielanej mieszaniny, tylna granica strefy mieszanej A+B będzie tym bardziej pozostawać w tyle za lekkim składnikiem, im bardziej różnią się strumienie gazu w obu kolumnach. Jak z tego wynika, dla osiągnięcia maksymalnej wydajności w konkretnych warunkach należy tak dobierać stosunek strumienia rozdzielanej mieszaniny do strumienia W_2 gazu-nośnika, aby do chwili dojścia przedniej granicy strefy mieszaniny A+B (zakreskowany odcinek A+B na fig. 2) do wyjścia kolumny i tylna granica strefy mieszanej A+B zdążyła całkowicie przejść z kolumny 3 do kolumny 1, w kolumnie 3 pozostała tylko strefa B pasma chromatograficznego wzbogacana w ciężki składnik. Kiedy przednia granica strefy mieszanej A+B dojdzie do wejścia kolumny 1, a tylna granica strefy wyjdzie z kolumny 3, dokonuje się przełączenia systemu gazowego chromatografu z położenia na fig. 2 do położenia na fig. 3. W tym położeniu systemu zawór 5 między kolumnami 1 i 2 jest otwarty, a zawory 6 i 7 są zamknięte. Strumień W_1 gazu-nośnika od tej chwili jest podawany na wejście kolumny 3, strumień W_2 na wejście kolumny 1, a rozdzielana mieszanina jest doprowadzana w sposób ciągły na wejście kolumny 2. Pozostała w kolumnie 3 część pasma chromatograficznego stanowiąca strefę wzbogacaną w silniej sorbujący się składnik B zostanie doprowadzona ze strumienia W_1 gazu-nośnika do kolektora zbierającego ciężką frakcję mieszaniny. Przy tym prędkość strumienia W_2 gazu-nośnika dobiera się tak, aby do chwili następnego przełączenia zaworów sorbent w kolumnie 3 zdążył się całkowicie uwolnić od składnika B. Odbieranie lekkiej frakcji mieszaniny z wyjścia kolumny 2 prowadzi się dopóty, dopóki przednia granica strefy mieszanej A+B pasma chromatograficznego nie dojdzie do wyjścia kolumny 2, a tylna granica strefy całkowicie nie wyjdzie z kolumny 1, po czym dokonuje się przełączenia systemu gazowego chromatografu z położenia przedstawionego na fig. 3 w położenie przedstawione na fig. 4. W tym położeniu systemu gazowego strumień W_1 gazu-nośnika doprowadzany jest do wejścia kolumny 1 i odprowadzany z wyjścia tej samej kolumny wraz z pozostałą w kolumnie 1 częścią pasma chromatograficznego wzbogacaną w ciężki składnik B do kolektora przeznaczonego do odbierania ciężkiej frakcji. Strumień W_2 gazu-nośnika podawany jest do wejścia kolumny 2, rozdzielana mieszanina – do wejścia kolumny 3, a lekka frakcja odbierana jest z wyjścia kolumny 3. Od tej chwili cykle rozdzielania powtarzają się w wyżej opisanej kolejności. Przy tym rozdzielanie doprowadzanej w sposób ciągły mieszaniny i odbieranie lekkiej frakcji dokonywane jest przy pomocy jednego strumienia gazu-nośnika, a odbieranie ciężkiej frakcji odbywa się za pomocą drugiego strumienia gazu. Punkty doprowadzania i odprowadzania tych strumieni przemieszczających się wzdłuż szeregowo połączonych kolumn synchronicznie z przełączaniem punktu wprowadzania rozdzielanej mieszaniny.

Możliwy jest inny wariant wykonania urządzenia chromatograficznego.

Urządzenie zawiera kilka, na przykład trzy grupy kolumn rozdzielających 10, 11 i 12 (w dalszym ciągu nazywane dla uproszczenia kolumnami 10, 11 i 12), trzy grupy urządzeń komutacyjnych 13, 14 i 15, urządzenie do wpro-

wadzenia rozdzielanej mieszaniny 16, dwa wejścia gazu 17 i 18 i dwa kanały 19 i 20 do zbierania rozdzielonych frakcji wyposażone w urządzenia detekcyjne 21 i 22 i prowadzone do kolektorów (na fig. nie pokazane). Obecność urządzeń detekcyjnych na obu kanałach wyjściowych 19 i 20 nie jest konieczna i zależy od konkretnych warunków.

Grupa urządzeń komutacyjnych 13 łączy wejścia gazu 17 i 18 z kanałami wejściowymi 23, 24 i 25 odpowiednich kolumn 10, 11 i 12, grupa 14 łączy wejściowe kanały 23, 24 i 25 z wyjściowymi 26, 27 i 28 kolumn i z urządzeniem do doprowadzania rozdzielanej mieszaniny 16, a grupa 15 łączy wyjściowe kanały 26, 27 i 28 kolumn z kanałami 19 i 20 do zbierania rozdzielonych frakcji.

Każda z grup urządzeń komutacyjnych 13, 14 i 15 wykonana jest w postaci bloku pneumatycznych zaworów membranowych 29 (fig. 11), których kanały gazowe 30 i 31 z jednej strony zaworów parami połączone są ze wspólnym kanałem wyjściowym 32 odpowiedniej pary. Liczba par zaworów membranowych jest równa liczbie grup kolumn. Przy trzech grupach kolumn rozdzielczych liczba zaworów membranowych 29 w każdym bloku wynosi sześć. Każdy blok 13, 14 i 15 ma po jednej stronie trzy wyjścia, a po drugiej – sześć. Na fig. 11 dla przejrzystości dwie pokrywki zaworów membranowych są zdjęte, a korpus jest pokazany częściowo w przekroju. Ciśnienie do zamknięcia zaworów 29 doprowadzane jest do przestrzeni nadmembranowych przez kanały 23 połączone z urządzeniem sterującym (na fig. nie pokazane). Kanały otwierają się przy zdjęciu ciśnienia nad membraną pod działaniem ciśnienia w sterowanych przewodach.

Typ i układ dołączenia urządzeń detekcyjnych 21 i 22 zależą od konkretnych warunków i nie są zakresem niniejszego wynalazku. W ogólnym wypadku może być stosowany detektor płomieniowo-jonizacyjny. Przy sposobie rozdzielania według niniejszego wynalazku detektor nie daje informacji o czystości i składzie otrzymywanych frakcji, a służy tylko jako wskaźnik stałości przebiegu rozdzielania. Możliwa jest również praca bez detektora.

W charakterze urządzenia do doprowadzenia rozdzielanej mieszaniny można stosować dowolną znaną konstrukcję gwarantującą podawanie do systemu rozdzielanej mieszaniny gazów lub par ze stałą prędkością.

Urządzenie działa w następujący sposób. Strumień gazu-nośnika doprowadzany do urządzenia przez wejście 18 przechodzi w położeniu systemu pokazanym na fig. 8 przez blok zaworów 13 i kanał 23 do kolumny rozdzielczej 10 i dalej przez kanał 26 w blok zaworów 14, gdzie do strumienia gazu-nośnika dodaje się strumień rozdzielanej mieszaniny z urządzenia do wprowadzania rozdzielanej mieszaniny 16. Następnie sumaryczny strumień gazu-nośnika i rozdzielanej mieszaniny przechodzi przez kanał 24 do kolumny 11 i wychodzi z niej przez kanał 27, blok zaworów 15 i kanał 20 z urządzeniem detekcyjnym 22 do kolektora do odbioru lekkiej frakcji (na fig. nie pokazany). Przy tym front strumienia rozdzielanej mieszaniny przechodząc przez kolumnę 11 zaczyna wzbogacać się w lżejszy składnik mieszaniny, który poczynając od pewnego momentu, kiedy front pasma chromatograficznego dotrze do wyjścia kolumny 11 będzie przechodził wraz z gazem-nośnikiem do kolektora do odbioru lekkiej frakcji. W tym samym czasie pozostała w kolumnie 10 po uprzednim przełączeniu znajdująca się w stanie równowagi część pasma chromatograficznego przetłaczana jest przez gaz-nośnik z kolumny 10 przez blok zaworów 14 do kolumny

11, tylna część tego pasma wzbogaca się przy tym w cięższy składnik. Warunki rozdzielania dobiera się tak, aby do chwili dojścia do wyjścia kolumny 11 mieszanej strefy pasma chromatograficznego tylna jego granica zdążyła już wyjść z kolumny 10, w której pozostaje tylko wzbogacana w cięższy składnik część pasma chromatograficznego.

Pozostała w kolumnie 12 po uprzednim przełączeniu systemu część pasma chromatograficznego wzbogacana w silniej sorbuujący się składnik odprowadzana jest z urządzenia przez drugi strumień gazu-nośnika, który doprowadzany jest przez wejście 17 i przechodzi przez blok kanałów 13, kanał 25, kolumnę 12, kanał 28 i blok zaworów 15 do kanału 19 z urządzeniem detekcyjnym 21 i dalej do kolektora zbierającego ciężką frakcję. Prędkość tego strumienia gazu-nośnika dobiera się tak, aby do chwili następnego przełączenia systemu sorbat w kolumnie rozdzielającej 12 zdążył się całkowicie zregenerować.

Kiedy front mieszanej strefy pasma chromatograficznego dojdzie do wyjścia kolumny 11, urządzenie zostaje przełączone z położenia przedstawionego na fig. 8 do położenia przedstawionego na fig. 9.

Podawany przez wejście 18 strumień gazu-nośnika przechodzi teraz przez kolumny 11 i 12, rozdzielana mieszanina podawana jest na wejście kolumny 12, lekką frakcję odbiera się z wyjściem kolumny 12, a pozostała w kolumnie 10 część pasma chromatograficznego stanowiąca ciężką frakcję odprowadzana jest przez strumień gazu-nośnika doprowadzanym przez wejście 17.

Kiedy front mieszanej strefy pasma c-chromatograficznego dotrze do wyjścia kolumny 12 urządzenie przełącza się z położenia przedstawionego na fig. 9 w położenie przedstawione na fig. 10 i proces zachodzi w wyżej opisanej kolejności. Przy tym rozdzielanie wprowadzanej w sposób ciągły mieszaniny i odbiór lekkiej frakcji odbywa się za pomocą jednego strumienia gazu-nośnika doprowadzanego do wejścia 18, a odbiór ciężkiej frakcji odbywa się za pomocą drugiego strumienia gazu doprowadzanego przez wejście 17. Punkty wprowadzenia i wyprowadzenia tych strumieni przemieszczających się wzdłuż szeregowo włączonych kolumn synchronicznie z przełączaniem punktów wprowadzania rozdzielanej mieszaniny. Odbiór lekkiej frakcji odbywa się w ciągu określonego okresu bezpośredniego poprzedzającego moment przełączania urządzenia, a odbiór ciężkiej frakcji – w okresie czasu bezpośrednio następującym po momencie przełączania. Obie frakcje mogą stanowić odpowiednio najslabiej lub najsilniej sorbuujący się składnik mieszaniny o określonym stopniu wzbogacania, bądź też mieszanina słabiej lub silniej sorbuujących się składników (przy mieszaninach wieloskładnikowych) w zależności od warunków i celów konkretnej wykonywanej pracy.

Zamiast gazu-nośnika przez wejście 18 do urządzenia można doprowadzić strumień gazu regulującego w charakterze którego można stosować zarówno gazy silniej sorbuujące się niż składniki rozdzielanej mieszaniny, jak i pary cieczy, na przykład wody. Stosunek strumieni rozdzielanej mieszaniny i gazu regulującego dobiera się tak, aby rozdzielanie mieszaniny i odbiór lekkiej frakcji w czołowej części pasma chromatograficznego zachodziło przez działanie strumienia samej rozdzielanej mieszaniny, a rozdzielanie pozostałej w nasadce poprzedniej kolumny znajdującej się w stanie równowagi mieszaniny gazów lub par zachodziło pod działaniem gazu regulującego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do rozdzielania przepływającej mieszaniny na frakcje w chromatografii, **znamiennie tym**, że pętla kolumn chromatograficznych (1, 2, 3, 10, 11, 12) przystosowana jest do przepuszczania jednocześnie dwóch niezależnych strumieni płynącego ośrodka przez poszczególne szeregowo połączone odcinki, z których przynajmniej jeden złożony jest z co najmniej dwóch stopni, na przejściu między którymi znajduje się doprowadzanie dla rozdzielanej mieszaniny, przy czym wejściowe (23, 24, 25) i wyjściowe kanały (26, 27, 28) stopni chromatograficznej pętli kolumn i kanały przejściowe (4) między nimi połączone są z wielopozycyjnym urządzeniem przełączającym, przy którego przełączaniu w każde następne położenie przynajmniej jeden stopień odcinka włączany jest w linię następnego odcinka pętli chromatograficznej, w wyniku czego w każdym następnym położeniu urządzenia przełączającego każdy ze wspomnianych niezależnych strumieni prze-

chodzi przez dany odcinek, w którym co najmniej jeden ze stopni wymieniany jest na sąsiedni w chromatograficznej pętli kolumn (1, 2, 3, 10, 11, 12).

2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że w pętli znajdują się trzy osobne stopnie-kolumny (1, 2, 3, 10, 11, 12) z kanałami (23, 24, 25, 26, 27, 28) na końcach i w przejściach między nimi mającymi sterowane zawory (5, 6, 7, 9, 13, 14, 15) i urządzenie do okresowego przełączania zaworów.

3. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że źródło rozdzielanej przepływającej mieszaniny dołączone jest do kanału przejściowego między sąsiednimi stopniami-kolumnami (1, 2, 3, 10, 11, 12) jednego ciągu, a drugi ciąg pętli dołączony jest do źródła ośrodka doprowadzanego w celu regeneracji.

4. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że wszystkie kolumny-stopnie (1, 2, 3, 10, 11, 12) mają identyczną budowę i wymiary i stawiają jednakowy opór przepuszczanemu ośrodkowi.

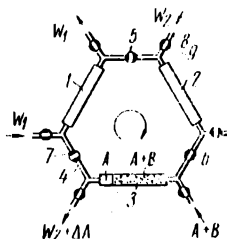


FIG. 1

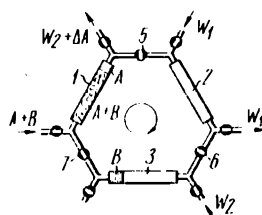


FIG. 2

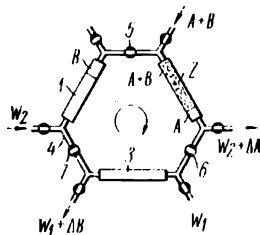


FIG. 3

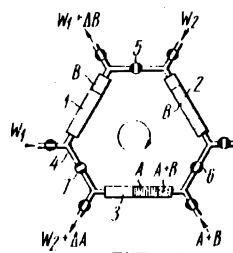


FIG. 4

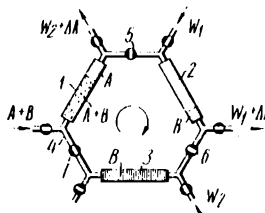


FIG. 5

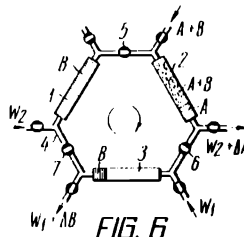


FIG. 6

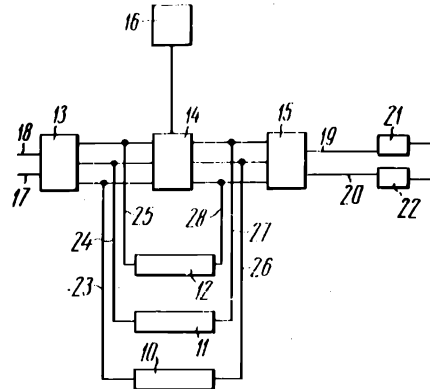


FIG. 7

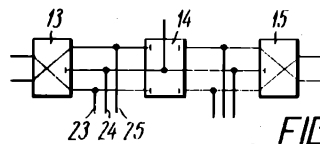


FIG. 8

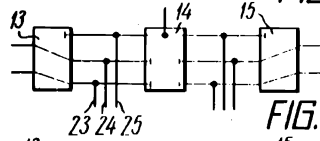


FIG. 9

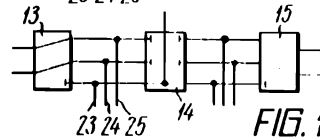


FIG. 10

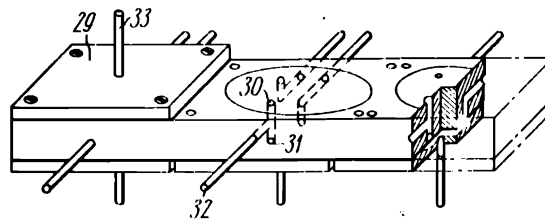


FIG. 11