



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

239478

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 08 05 84
(21) PV 3404-84

(51) Int. Cl.⁴

B 01 D 11/04

(40) Zveřejněno 15 05 85

(45) Vydáno 15 04 87

(75)

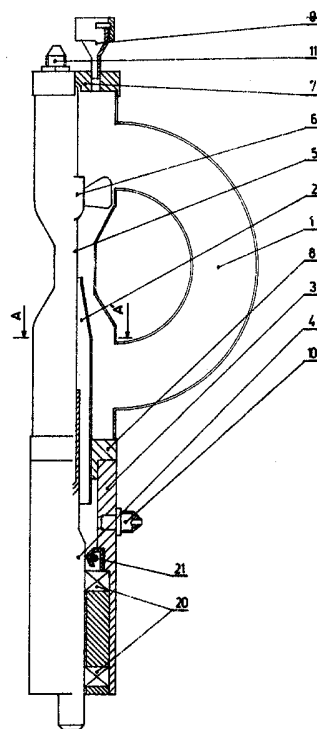
Autor vynálezu

DOLEŽAL BOHUSLAV ing. CSc.; LEDVINKA KAREL ing.; HOŘEJŠ JAN;
VOLF RADKO ing. CSc.; VRBSKÝ JAROMÍR prof. ing. CSc., PRAHA

(54) Průtočný extraktor

Účelem je řešení problému extrakce sledovaných složek z kapaliny, která extraktorem protéká, do požadovaného množství extrakčního média obsaženého v extraktoru.

Těleso /1/ extraktoru, vytvořené ve tvaru písmene D, je ve své svislé části opatřeno výstupní trubicí /2/ ejektorového typu a míchacím ústrojím /6/. Svislá část je v horní části uzavřena sátkou /7/ se vstupem kapaliny a ve spodní části další sátkou /8/, nasazenou na tělo /3/ mechanické části extraktoru, do něž je zaústěna výstupní trubice /2/.



Obr. 1

Vynález se týká průtočného extraktoru se stacionárním extrakčním médiem, tvořeného tělesem extraktoru, opatřeným příívodem a odvodem kapaliny nebo odběrem extrakčního média, propojeným s výstupní trubicí a opatřeným dále míchacím ústrojím.

Průtočný extraktor lze využít například pro extrakci látek z kapaliny, která extraktorem protéká do extrakčního média, které je trvale obsaženo v extraktoru, přičemž je zaručeno jak intenzivní míchání obou fází v extraktoru, tak jejich dokonalé odlučování a výstup pouze fáze, která je tvořena protékající kapalinou.

Extrakce látek z kapalné do další kapalné fáze je fyzikálně-chemická metoda, založená na rozdělení sledované látky mezi dvě kapalné fáze, z nichž jednu tvoří extrahovaný roztok, druhou extrakční médium. Extrakční médium bývá voleno tak, aby mělo vyšší afinitu k extrahované látce než roztok, z něhož je látka extrahována. Metoda nalézá široké uplatnění v laboratorní i průmyslové praxi a je známa řada postupů a odpovídajících zařízení pro její provozování.

Z hlediska postupu lze extrakci rozdělit na jednorázové /popř. vícestupňové/ a kontinuální; z hlediska použitých objemů zúčastněných fází na kvantitativní a rovnovážné. Při kvantitativní extrakci bývá objem použitého extrakčního média vzhledem k objemu roztoku, z něhož je sledovaná látka extrahována, natolik velký, že při daném distribučním poměru sledované látky je prakticky zaručen její úplný přechod z extrahovaného roztoku do extrakčního média, a tak nedochází téměř k žádným ztrátám sledovaných látek, ovšem jejich koncentrace v extraktu zůstává srovnatelná s původní koncentrací v extrahovaném roztoku. Při rovnovážné extrakci je objem použitého extrakčního média oproti objemu roztoku, z něhož je sledovaná látka extrahována, mnohem menší, a tak množství sledované látky ve výchozím roztoku zůstává i po extrakci nezanedbatelné. Rovnovážnou extrakcí nebývá dosahováno velké absolutní výtěžnosti, ovšem lze získat roztok sledovaných látek v extrakčním médiu o koncentracích mnohem vyšších, než byly v původním roztoku před extrakcí.

Je známo, že k dalšímu zvyšování koncentrace sledované složky v extrakčním médiu, vede vícestupňová extrakce, kdy aplikované množství extrakčního média přichází do kontaktu s dalšími a dalšími objemy původního roztoku, teoreticky až do stavu rovnováhy koncentrace sledované složky v extrahovaném médiu s koncentrací této složky v roztoku před extrakcí; v případě vhodných fyzikálně-chemických parametrů systému /např. značná rozpustnost extrakčního média v extrahovaném roztoku při dostatečně vysokých hodnotách distribučních poměrů sledovaných látek/ lze dosáhnout i definovatelně vyšší koncentrace sledované složky v extrakčním médiu, než je rovnovážná s odpovídající koncentrací v původním roztoku před extrakcí. Dále je známo, že tento vícestupňový postup lze optimalizovat tak, že stacionární situované extrakční médium je kontinuálně promýváno sledovaným roztokem až do dosažení požadované koncentrace sledované látky v tomto extrakčním médiu. Je známo několik typů extraktorů, které lze využít k tomuto způsobu extrakce, ovšem jejich účinnost či použitelnost vůbec závisí na velikosti objemového průtoku sledovaného roztoku extraktorem.

Známa zařízení k provádění uvedených způsobů jsou tvořena uzavřenou bunhou, v níž je umístěn míchací magnet. Zařízení je opatřeno vstupem a výstupem, tvořenými trubičkami. Zařízení je vytvořeno tak, aby do místa výstupu průtočné fáze nezasahovala žádným způsobem fáze, tvořená extrakčním médiem.

Další známé zařízení, publikované Ahnoffem, Anal. Chem. 46, 658, 1974, je tvořeno teflonovým kelímkem s kuželovitým vnitřním kelímkem, míchacím magnetem a vstupem a výstupem. U tohoto zařízení se extrakční médium, které je lehčí než vymývací kapalina, zformuje do kuželovitého tvaru a protékající kapalina vystupuje prostorem mezi vnitřní stěnou skleněné nádoby a vnější stěnou teflonového kelímku.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu průtočný extraktor se stacionárním ekstrak-

čím médiem, tvořený tělesem extraktoru, opatřeným přívodem a odvodem kapaliny nebo odběrem extrakčního média, propojeným s výstupní trubicí a opatřeným dále míchacím ústrojím. Jeho podstata spočívá v tom, že těleso extraktoru, vytvořené ve tvaru písmene D, je ve své svislé části opatřeno výstupní trubicí ejektorového typu a míchacím ústrojím, přičemž svislá část je na své horní části uzavřena zátkou se vstupem kapaliny a ve své spodní části další zátkou, nasazenou na tělo mechanické části extraktoru, do něž je zaústěna výstupní trubice a z něž vyúsťuje koncový šroub.

Základní výhoda průtočného extraktoru podle vynálezu spočívá v dosažení intenzivního cirkulačního pohybu směsi obou fází během extrakce. Prostorové uspořádání extraktoru je řešeno tak, aby podélná osa výstupní trubice byla souhlasná s vertikálním směrem. Toto uspořádání doznává svou modifikaci v závislosti na poměru hodnot zúčastněných fází. Je-li hustota extrakčního média nižší než hustota protékající kapaliny, je nutné umístit výstupní otvor trubice tvaru ejektoru do spodní části extraktoru; v opačném případě poměru hustot jej naopak situovat do horní části systému. Takové uspořádání zaručuje jak dobré míchání zúčastněných fází spojené s dostatečným mezifázovým přestupem hmoty, tak vytvoření značného rozdílu dynamických tlaků vně a v zúžené části výstupní trubice tvaru ejektoru, což spolu s gravitačními silami zajišťuje dělení zúčastněných fází tak, že vnitřní část trubice, od místa zúžení až k výstupu, obsahuje pouze fázi, tvořenou extrahovaným roztokem, a tak i při kontinuálním vtoku tohoto roztoku do extrakčního systému kontinuálně vytéká ekvivalentní množství pouze této fáze.

Průtočný extraktor se stacionárním extrakčním médiem podle vynálezu je dále vysvětlen na příkladu provedení pomocí připojeného výkresu, na němž obr. 1 značí podélný řez extraktorem a obr. 2 řez podle čáry A-A z obr. 1.

Sestává se z vlastního tělesa 1 extraktoru, zhotoveného z povrchově inertního materiálu, například skla, které je uzavřeno zátkou 7 a další zátkou 8, zhotovených z povrchově inertního opracovatelného materiálu. Výstupní trubice 2, která je zhotovena rovněž z povrchově neaktivního materiálu a může být v místě začínajícího zužování perforována jedním či více otvory, je pevně zasazena do další zátky 8 tak, že její zúžené zakončení zasahuje do prostoru cirkulace kapaliny uvnitř vlastního tělesa 1 extraktoru. Cirkulačního pohybu kapaliny je dosaženo míchacím ústrojím 6, na které je přenášen točivý moment mechanicky prostřednictvím hřídele 5, podélně procházejícího výstupní trubicí 2, a dalšího hřídele 4, otáčivě upevněného v těle 3 mechanické části extraktoru prostřednictvím ložisek 20. Vstup roztoku, z něhož má být sledovaná látka extrahována, je uskutečňován otvorem v zátku 7, zakončeném například koncovým šroubem 11 s možností připojení libovolného typu přívodu této kapaliny. Fáze, tvořená extrahovaným roztokem, odchází z vlastního tělesa 1 extraktoru výstupní trubicí 2 do vnitřního prostoru těla 3 mechanické části, odkud vytéká otvorem zakončeným například koncovým šroubem 10. Nežádánému výtoku této kapaliny podél dalšího hřídele 4 a ložisek 20 je zabráněno například vhodně umístěným O-kroužkem 21. Otvor vstupu v zátku 7, zakončený koncovým šroubem 11, může sloužit i k dávkování požadovaného množství extrakčního média do extraktoru před vlastní extrakcí či k odběru vzorku extraktu během či po ukončení extrakce. Vhodnějším pro uvedené činnosti dávkování extrakčního média či jeho odběru se jeví samostatné zařízení 9 dávkování a odběru realizované například skleněnou trubičkou pevně zasazenou do zátky 7, vně rozšířené, zakončené závitem, překryté vhodným typem těsnění přichyceným převlečnou maticí.

Průtočného extraktoru se stacionárním extrakčním médiem bylo použito k určení rozpustnosti některých organických rozpouštědel /např. diethylether, dichlormethan, trichlormethan/ ve vodě tím způsobem, že do extraktoru bylo vneseno známé množství daného organického rozpouštědla a byl měřen objem protékající vody nutný k tomu, aby toto organické rozpouštědlo právě vymizelo. Výsledky se shodují s údaji rozpustností měřenými jinými metodami.

Dále bylo průtočného extraktoru použito k určení distribučních poměrů chlorových

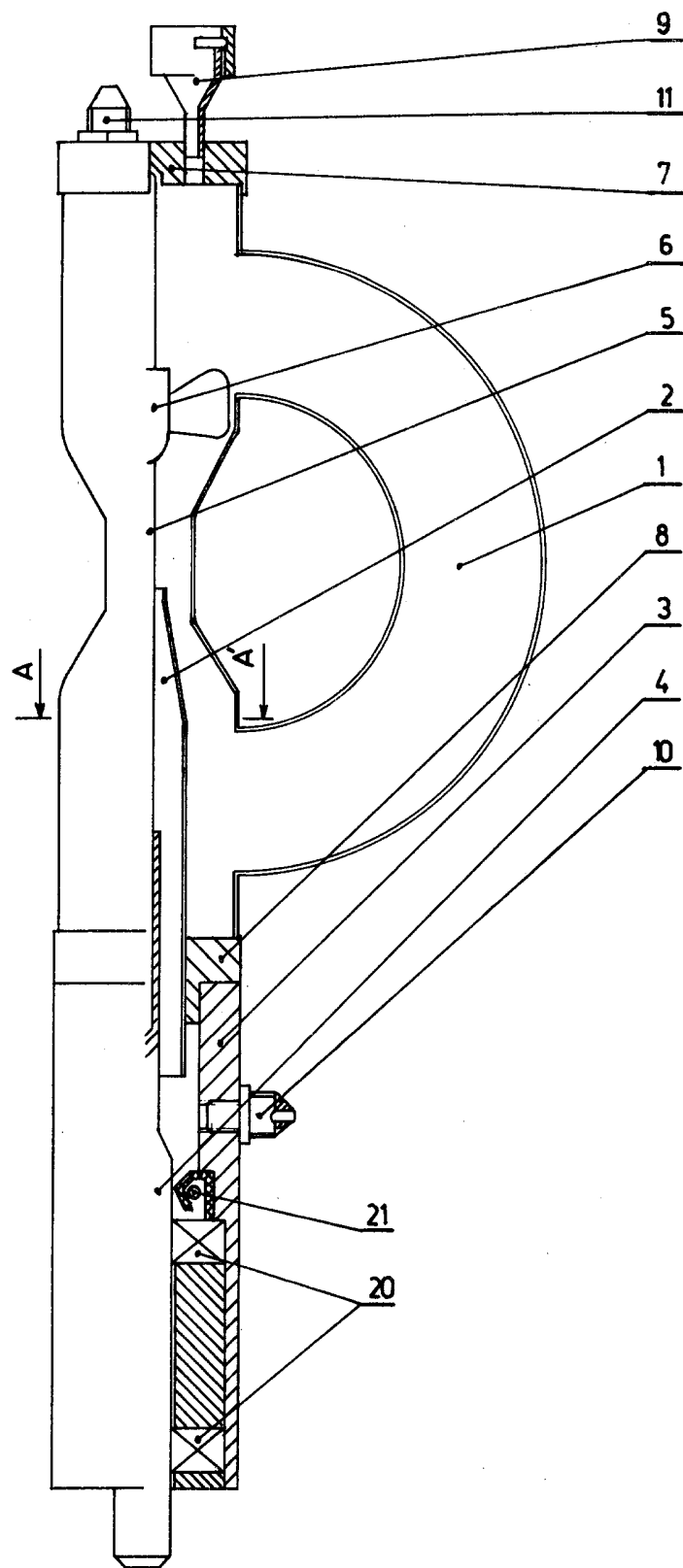
uhlovodíků mezi vodou a n-hexanem a k extrakci chlorových uhlovodíků z vody do n-hexanu; analýza hexanové fáze byla v obou případech prováděna plynově-chromatograficky s použitím detektoru elektronového záchytu. Množství extraktu dávkované k chromatografické analýze se pohybovalo od 1 μ l do 2 μ l.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Průtočný extraktor se stacionárním extrakčním médiem, tvořený tělesem extraktoru, opatřeným přívodem a odvodem kapaliny nebo odběrem extrakčního média, propojeným s výstupní trubicí a dále opatřeným míchacím ústrojím, vyznačený tím, že těleso /1/ extraktoru je vytvořeno ve tvaru písmene D, přičemž výstupní trubice /2/ je ejektorového typu a je umístěna spolu s míchacím ústrojím /6/ ve svislé části tělesa /1/ extraktoru, která je na své horní části uzavřena zátkou /7/ se vstupem /9/ kapaliny a ve své spodní části další zátkou /8/, nasazenou na tělo /3/ mechanické části extraktoru, do nějž je zaústěna výstupní trubice /2/ a z nějž vyúsťuje koncový šroub /10/.

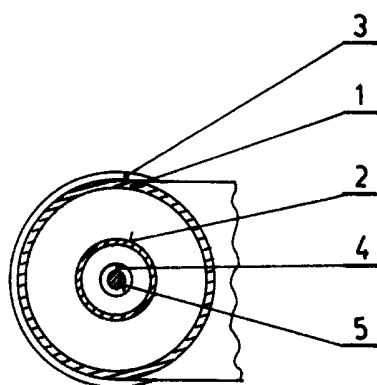
2 výkresy

239478



Обр. 1

239478



Obr. 2