

Warszawa, 15 marca 1935 r.

URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 21045.

Kl. 12 o, 11.

Cote 57/48

Usines de Melle
(Melle, Deux-Sèvres, Francja).

Aparat do stężania i odwadniania kwasów tłuszczowych.

Zgłoszono 9 grudnia 1931 r.

Udzielono 4 lutego 1935 r.

Pierwszeństwo: 11 grudnia 1930 r. (Francja).

Proponowano już rozmaite sposoby odwadniania i stężania kwasów tłuszczowych, polegające na wyciąganiu kwasu, zawartego w roztworze, przeznaczonym do obróbki, oraz na destylowaniu otrzymanego wyciągu, zawierającego rozpuszczalnik i kwas w celu rozdzielenia go z jednej strony na stężony albo bezwodny kwas, z drugiej zaś — na rozpuszczalnik.

Wynalazek niniejszy, opracowany przy współudziale p. Guinot, dotyczy aparatury, umożliwiającej realizację tych procesów w sposób ciągły.

Zastosowanie aparatury, opisanej poniżej, jest ograniczone ściśle do użycia rozpuszczalnika albo mieszaniny rozpuszczalni-

ków o punkcie wrzenia niższym od punktu wrzenia kwasu.

Pierwsza część aparatury składa się z jakiegokolwiek zespołu do wyciągania ciągłego. Najlepiej zastosować system, oparty na stopniowym wyciąganiu przeciwpływem.

Wyciąg, otrzymany przy pomocy takiej baterji, wprowadza się do środkowej części kolumny destylacyjnej, najlepiej półkowej.

Do zwykłego skraplacza uchodzą pary, ulatniające się z górnej części kolumny, złożone głównie z rozpuszczalnika i wody. Skropliny kieruje się do rozdzielacza, w którym następuje podział na dwie war-

stwy. Jeśli rozdzielanie nie następuje samo przez się, należy zaopatrzyć rozdzielacz w dopływ wody.

Rozdzielacz powinien być zaopatrzony w urządzenie, służące do odprowadzania zpowrotem do kolumny destylacyjnej części warstwy górnej, utworzonej zwykle z rozpuszczalnika, w celu z jednej strony zabezpieczenia odpływu zwrotnego, niezbędnego do poprawnej pracy całej kolumny talerzowej, która inaczej działałaby poprostu, jak zwykłą rurą, z drugiej zaś — dla zabezpieczenia azeotropowego unoszenia całkowitej ilości wody, zawartej w wyciągu, gdyż ilość zawartego w nim rozpuszczalnika nie zapewnia naogół całkowitego odwodnienia. Drugą część tej warstwy przeprowadza się do urządzenia do wyciągania, w którym się ją stosuje ponownie w ciągłym kołowym cyklu zabiegów.

Warstwa dolna w rozdzielaczu jest utworzona najczęściej z wody, zawierającej jeszcze w roztworze nieznaczna ilość rozpuszczalnika, której nie należy tracić.

Tak samo wyczerpany roztwór kwasu, uchodzący z urządzenia do wyciągania, zawiera w roztworze niewielką ilość rozpuszczalnika.

Wodę, odprowadzoną z rozdzielacza, oraz wodę, uchodzącą z urządzenia do wyciągania, łączy się i odpowiednim przewodem doprowadza się do kolumnienki pomocniczej, najlepiej półkowej, zaopatrzonej w skraplacz i rozdzielacz.

Ten drugi rozdzielacz jest zaopatrzony w urządzenie, pozwalające na odprowadzanie warstwy wodnej zpowrotem do kolumnienki, podczas gdy warstwę górną, utworzoną z czystego rozpuszczalnika, kieruje się znowu do baterji do wyciągania w celu wprowadzenia jej zpowrotem do ciągłego cyklu zabiegów.

U podstawy kolumny głównej znajduje się urządzenie spustowe do spuszczenia bezwodnego albo stężonego kwasu. Ze

względów ekonomicznych, by nie budować kolumny głównej zbyt wielkiej dobrze jest skorzystać z okoliczności, że ciecz, spływająca na dolne talerze tej kolumny i będąca czystym kwasem, ma objętość bardzo małą w stosunku do objętości cieczy, zasilającej kolumnę, bardzo bogatej w rozpuszczalnik, dzięki czemu dolna część kolumny wykonywa pracę bardzo małą, a zatem wskazane jest zastąpienie całej dolnej części kolumny głównej małą kolumnienką, przyczem kolumnę główną i kolumnienkę łączy się ze sobą w taki sposób, że ciecz spływa z kolumny głównej do kolumnienki, a pary z tej ostatniej wznoszą się na dno kolumny głównej.

Wszystkie kolumny są zaopatrzone w odpowiednie urządzenia, ogrzewające je przez powierzchnię. Ogrzewanie kolumnienki, zawierającej pozostałości, możliwe jest jednak również zapomocą bełkotki.

W części aparatury można zastosować ciśnienie, sprzyjające wytwarzaniu mieszanin azeotropowych albo umożliwiające odzyskiwanie ciepła, uchodzącego z jednej kolumny przez drugą.

Również odpowiednie jest w praktyce włączenie kadzi zbiorczych na drodze przepływu cieczy.

Ponieważ kwasy tłuszczowe wykazują znaczną skłonność do nagryzania metali, używanych do budowy kolumn, więc nagryzanie to należy zredukować do minimum.

Podczas biegu ciągłego aparatury niema w niej powietrza i nagryzanie jest praktycznie równe zeru, lecz po zatrzymaniu aparatury albo pod wpływem nagłych zmian temperatury zewnętrznej, powodujących nieregularność przepływu par, dopływających do skraplacza, powietrze może się cofać i wtedy rozpoczyna się nagryzanie.

Z tego względu wskazane jest takie połączenie wszystkich przewodów otwartych aparatury z gazometrem, zawierającym

gaz obojętny, np. azot, żeby podczas ostygnięcia aparat napełniał się azotem, a nie powietrzem.

Natomiast podczas ogrzewania azot z aparatu zostaje zpowrotem wyparty do gazometru.

Załączony rysunek wyjaśnia istotę wynalazku.

Przykład, podany poniżej, dotyczy odwadniania kwasu octowego zapomocą octanu etylowego, jako rozpuszczalnika; w identyczny sposób możnaby odwadniać kwas masłowy, stosując jako rozpuszczalnik masłan etylu i t. d.

Roztwór kwasu octowego, przeznaczony do odwodnienia, znajduje się w kadzi 1. Kadź ta zasila w sposób ciągły urządzenie do wyciągania 2, do którego przewodem 3 dopływa octan etylu, zawarty w kadzi 4.

Jako urządzenie do wyciągania najlepiej jest stosować urządzenie, opisane w patencie polskim Nr 14729.

Z urządzenia tego uchodzi z jednej strony przewodem 5 mieszanina rozpuszczalnika z kwasem, a z drugiej strony przewodem 6 uchodzą wody, pozostające po wyczerpaniu kwasu.

Przewód 5 doprowadza mieszaninę rozpuszczalnika z kwasem do kolumny półkowej 7, ogrzewanej w dolnej części zapomocą węzownicy 8. Z górnej części kolumny pary są prowadzone przewodem 9 do skraplacza 10, a skropliny przewodem 11 spływają do rozdzielacza 12. Górną warstwę odciąga się zapomocą butli 13, połączonej przewodem 14 ze szczytem kolumny 7. Inny przewód 15 łączy butlę 13 z kadzią 4, zawierającą rozpuszczalnik.

Przewód 16 prowadzi warstwę dolną z dolnej części rozdzielacza 12 do butli 17, z której przewodem 18 można część cieczy odprowadzić do kolumny 7.

Przewód 19 łączy butlę 17 z przewodem 6. Naogół przewody 6 i 19 prowadzą do zbiornika, na rysunku pominiętego.

Przewód 20 służy do odprowadzania

do kolumny 21 małych pozostałości z przewodów 6 i 19. Ta kolumna jest ogrzewana zapomocą bełkotki w miejscu 22 i zaopatrzona w urządzenie do spuszczenia wód odpływowych przewodem 23.

Przewód 24 prowadzi pary z górnej części kolumny do skraplacza 25, skąd skropliny są kierowane do rozdzielacza 26. Górna warstwa z rozdzielacza 26 jest odprowadzana przewodem 27 do kadzi 4, warstwa zaś dolna spływa przewodem 28 zpowrotem do kolumny 21.

Kolumna główna 7 jest zaopatrzona w dolnej części w urządzenie do spuszczenia cieczy, kierowanej przewodem 29 do kolumny 30, ogrzewanej zapomocą węzownicy 31 oraz zaopatrzonej w dolnej części w spust do cieczy, przez który odciąga się kwas przewodem 32.

W górnej części kolumny ta jest zaopatrzona w przewód 33, prowadzący z niej pary do dolnej części kolumny 7.

Jak we wszystkich aparatach destylacyjnych, wszystkie skraplacze, kadzie, butle, odgałęzienia przewodów i t. d. są zaopatrzone w króćce, połączone z atmosferą. Choć pracować w atmosferze azotowej, wystarcza wszystkie te króćce połączyć z gazometrem, niewidocznym na rysunku.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Aparat do stężania i odwadniania kwasów tłuszczowych zapomocą rozpuszczalników, znamienny tem, że składa się ze znanego urządzenia, umożliwiającego wyciąganie ciągłe kwasu, zawartego w obrabianym roztworze, najlepiej systemem przeciwprądowym, oraz zwykłej kolumny destylacyjnej, do której dopływa obciążony kwasem, rozpuszczalnik, uchodzący z urządzenia do wyciągania, przyczem kolumna ta w górnej swej części jest połączona ze skraplaczem, ten zaś łączy się z rozdzielaczem oraz z urządzeniem, umożliwiającem spuszczenie jednej części

warstwy górnej zpowrotem do kolumny, drugiej zaś części tej warstwy do urządzenia do wyciągania, a prócz tego jest połączony z urządzeniem do ściągania warstwy dolnej.

2. Aparat według zastrz. 1, znamien-ny tem, że do podstawy kolumny głównej przyłączona jest mała kolumnienka, połączona z główną kolumną przewodem, którym spływa ciecz, uchodząca z dolnej części kolumny głównej do kolumnienki, oraz przewodem, którym pary, ulatniające się z kolumnienki, są odprowadzane do dolnej części kolumny głównej.

3. Aparat według zastrz. 1, znamien-ny tem, że jest zaopatrzony w kolumnienkę pomocniczą, wyposażoną w skraplacz i rozdzielacz, do której dopływa przewo-

dami dolna warstwa z rozdzielacza kolumny głównej oraz wyczerpana woda, uchodząca z baterji do wyciągania, przy-czem kolumnienka ta jest zaopatrzona w urządzenie powrotne do odprowadzania warstwy dolnej rozdzielacza do kolumny, warstwy zaś górnej do baterji do wycią-gania.

4. Aparat według zastrz. 1 — 3, zna-mienny tem, że wszystkie króćce powietrz-ne, w które jest on zaopatrzony, są połą-czone z gazometrem, zawierającym gaz obojętny.

Usines de Melle.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

