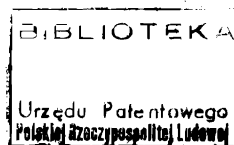


Warszawa, 30 stycznia 1934 r.

C07b 29/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19244.

Kl. 12 o, 27.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób odwadniania organicznych płynów oraz urządzenie do przeprowadzenia tego sposobu.

Zgłoszono 26 marca 1932 r.

Udzielono 16 października 1933 r.

Pierwszeństwo: 30 marca 1931 r. (Niemcy).

Usuwanie wody z organicznych płynów przez frakcjonowaną destylację nie udaje się w przypadku, gdy punkty wrzenia obu składników leżą blisko siebie, albo w przypadku, gdy płyny tworzą z wodą azeotropowe mieszaniny, wreszcie w przypadku, gdy organiczne płyny rozkładają się przy ogrzewaniu z wodą. Jako przykłady tego rodzaju cieczy służą: acetal, aldehydomonajak, kwas mrówkowy, trzeciorzędny alkohol amyłowy, aldehyd krotonowy, kwas octowy, alkohol izobutyłowy, izopropylowy, piperydyna, pirydyna.

Odwadnianie organicznych płynów przez dodawanie środków odciągających

wodę (tlenek wapnia, chlorek wapnia, wodorotlenek sodu, węglan potasu, siarczan sodu, siarczan miedzi) jest znane, lecz w większości wyżej przytoczonych przykładów nie prowadzi do celu, albo odwadnianie trwa bardzo długo.

Wynalazek niniejszy dotyczy stosowania, jako środka odwadniającego, siarczanu wapnia, otrzymywanego z technicznego gipsu stiukowego, najlepiej w stanie zmielonym, przez ogrzewanie w temperaturze $160 \div 180^{\circ}\text{C}$ lub wyżej, aż do zupełnego wypędzenia wody krystalizacyjnej. Odwodniony gips (anhydryt) pobiera z organicznych płynów nadzwyczaj szybko 6,6%

swej wagi wody, tworząc nietwardniejący półhydrat, który nie oddaje tej wody przy ogrzewaniu do 110°C tak, iż w ten sposób odwadniane płyny można destylować w postaci bezwodnej pod zwykłym albo pod zmniejszonym ciśnieniem.

Wysuszony przy około 160°C siarczan wapnia jest środkiem obojętnym, a ponadto można go z łatwością regenerować przy $160^{\circ} - 180^{\circ}\text{C}$.

Jako produkt wyjściowy można też stosować zamiast półwodzianu (gips stiukowy) dwuwodny siarczan wapnia (mineralny gips), który bezpośrednio odwadnia się do anhydrytu w temperaturze 160°C albo wyżej.

W myśl wynalazku odwadnia się organiczne płyny w ten sposób, iż środkiem odwadniającym (całkowicie odwodniony przy $160^{\circ} - 180^{\circ}\text{C}$ gips) działa się na pary płynu poddawanego odwadnianiu. Dzięki powyższemu postępowaniu możliwe jest, przy zastosowaniu odpowiednich urządzeń, perjodyczne odwadnianie par, a jednocześnie uskutecznienie regeneracji środka odwadniającego bez przeładowywania go. Środek odwadniający może też krążyć w obiegu kołowym, w pierw pozbawiając wody w przeciwpądzie płynące pary, a następnie ulegając regeneracji w wyżej podgrzanej części urządzenia.

Sposób ten nadaje się zwłaszcza do odwadniania płynów, których punkt wrzenia leży w pobliżu temperatury wrzenia wody, oraz w przypadkach, gdy tworzą się mieszaniny o stałej temperaturze wrzenia, np. acetal, acetaldehyd i acetaldehydo-amoniak, kwas mrówkowy, trzeciorzędny alkohol amyłowy, alkohol etylowy, propylo-owy i izobutylo-owy, chloral, chlorhydrina, chloroaceton, pirydyna i pochodne, cykloheksanol i inne.

Zawartość wody w płynach poddawanych odwadnianiu może wahać się w szerokich granicach. W procesie ciągłym nale-

ży dbać o to, aby na 5 części pary wodnej, zawartej w destylującym płynie, przypadało $100 - 120$ części odwodnionego gipsu.

Praktyczne ograniczenie zależy od tego, czy większy wydatek pary na wyższe frakcjonowanie płynu jest istotnie korzystniejszy, niż odwadnianie potrzebnej ilości gipsu. Granica ta leży przy substancjach trudno podlegających frakcjonowaniu, jak alkohol izopropylo-owy i izobutylo-owy, przy zawartości wody $25 - 35\%$. Sposób można jednakże przeprowadzić, gdy specjalne warunki tego wymagają, również przy płynach o zawartości 80% wody.

Następujące przykłady objaśniają sposób i odpowiednie urządzenie do tego postępowania.

Przykład I. Perjodyczny sposób odwadniania. Przez wieżę (fig. 1) o wysokości 2 m i 10 cm średnicy, zaopatrzoną w 150 warstw, składających się z cienkiej siatki drucianej oraz warstwy pierścieni szklanych, pokrytej 100 g gipsu stiukowego, wdmuchuje się w pierw gorące powietrze o 200°C , aż do zupełnego odwodnienia gipsu. Następnie przeprowadza się przez wieżę pod nieco zmniejszonym ciśnieniem, celem zachowania temperatury $100^{\circ} - 110^{\circ}\text{C}$, parę 25 kg pirydyny, zawierającej 3% wody, w ciągu 2 godzin, przyczem po ochłodzeniu uzyskuje się pirydynę w stanie odwodnionym. Odwadnianie gipsu gorącym powietrzem i odwadnianie par pirydyny przy pomocy gipsu prowadzi się na zmianę.

Przykład II. Ciągły sposób odwadniania. (Fig. 2 - 4). Dwa bębny a i b albo ślimacznice dowolnie wobec siebie ustawione, pracujące w przeciwnych kierunkach, przenoszą w ciągłym procesie kołowym w kierunku zaznaczonym strzałkami 5 tonn gipsu na godzinę, przyczem należy dbać stale o dobre rozmieszczenie gipsu na całym przekroju aparatów transportowych przez wbudowanie odpowiednich znanych urzą-

dzeń. Przez bęben *a* przepływają w przeciwnym kierunku do odwodnionego gipsu pary 95% alkoholu, w ilości 4 tonn na godzinę. Pary doprowadza się przy *c*, przyczem przez odpowiednie ogrzanie zewnętrzne do około 100°C unika się skroplenia alkoholu w bębnie. Gips odciąga wodę z pary alkoholowej, tak że nasadą *d* wychodzi alkohol o mocy $99,1 \div 100\%$ wagowych.

W bębnie *b* pozbawia się gips wody w temperaturze powyżej 160°C przez wprowadzenie w przeciwnym kierunku ogrzanego powietrza albo płomieniem gazowym. Pomiedzy jednym i drugim bębniem dobrze jest włączyć mniejszą wieżę *e*, w której spadającemu gipsowi odbiera się resztki alkoholu przy pomocy przegrzanej pary wodnej, przepuszczanej w przeciwnym kierunku. Resztki te po wyjściu skraplają się w stanie rozcieńczonym. Połączenie bębnow oraz wieży ze sobą w sposób szczelny dla gazów uskutecznia się najlepiej przez niżej umieszczone w górę podnoszące ślimacznice transportowe *f*, do których wprowadza się gips rynną osuwową *g*.

Przykład III. Postępowanie ciągłe przy odwadnianiu płynów o dużej zawartości wody. Opisane w przykładzie II urządzenie zmienia się tylko tyle, że bębnowi *b*, służącemu do odwadniania gipsu, nadaje się dwa razy większą średnicę i długość zwiększoną o 50% w porównaniu do bębna *a*, służącego do odwadniania płynu.

4,3 tonny alkoholu izopropylowego 70%-wego, a zatem zawierającego 1,3 t wody, odparowuje się na 1 godzinę; para przepływa od *c* do *d* przez bęben *a*, do którego wprowadza się w tym samym czasie w przeciwnym kierunku 26 t odwodnionego gipsu. Przy dobrem rozmieszczeniu gipsu wystarcza czas zetknięcia $4 \div 8$ sekund dla całkowitego odwodnienia par, opuszczających bęben o zawartości $99,6 \div 99,7\%$. Odwodnienie gipsu w bębnie *b* odbywa się w taki sposób, iż skrapla się pary orga-

nicznego płynu o punkcie wrzenia 160° — 170°C, np. o-dwuchlorobenzenu, w płaszczyźnie otaczającej bęben, przyczem część skroploną ponownie doprowadza się do przestrzeni parowania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odwadniania organicznych płynów zapomocą siarczanu wapnia całkowicie pozbawionego wody krystalizacyjnej, który otrzymuje się z siarczanu półwodnego albo jego wyższego wodzianu przez ogrzanie do $160^\circ \div 180^\circ\text{C}$, znamienne tem, że pary płynu poddawanego odwadnianiu przepuszcza się ponad odwodnionym siarczanem wapnia, aż utworzy się półwodzian ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$), poczem utworzony półwodzian, ewentualnie regeneruje się przez ogrzanie do $160 \div 180^\circ\text{C}$.

2. Urządzenie do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 1 sposobem perjodycznym, znamienne tem, że składa się z izolowanych albo z zewnątrz ogrzewanych wież, w których między warstwami wypełniającymi dowolnego rodzaju umieszczony jest siarczan wapnia, przyczem wieże połączone są ze sobą tak, by mogły pracować na zmianę, w celu umożliwienia regeneracji wytworzonego półwodzianu.

3. Urządzenie do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 1 sposobem ciągłym, znamienne tem, że składa się z dwóch razem pracujących, izolowanych albo z zewnątrz ogrzewanych bębnow, zaopatrzonych w ślimak albo inne transportery dla siarczanu wapnia, z których jeden służy do odwadniania par, przepływających w przeciwnym kierunku do przesuwanego odwodnionego gipsu, drugi zaś — do odwadniania gipsu w temperaturze ponad 160°C, ewentualnie z zastosowaniem gazów przepływowych.

4. Urządzenie według zastrz. 3, znamienne tem, że między bębnami włączona jest wieża, w której gips, powracający z

odwadniania par, pozbawia się zapomocą przegrzanej pary wodnej ewentualnych reszt przyczepionego płynu organicznego.

5. Urządzenie według zastrz. 3 i 4, znamienne tem, że ślimaki transportowe dla gipsu umieszczone są niżej od bębnow

roboczych, w celu wyzyskania gipsu dla uszczelnienia aparatury.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

