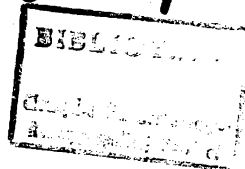


Warszawa, dnia 7 października 1953 r.



B01 d 9/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35453

Kl. 12 c, 2

Główny Instytut Chemii Przemysłowej*)

(Warszawa, Polska)

B01 d 9/02

Sposób rozdzielania mieszanin tworzących eutektyk

Udzielono patentu z mocą od dnia 31 maja 1951 r.

Według zasad termodynamiki punkt eutektyczny układu wiele składnikowego odpowiada warunkom współistnienia odpowiedniej liczby faz stałych i fazy ciekłej. Termodynamika nie rozważa natomiast możliwości operowania stanami nietrwałymi, powstałymi np. wskutek różnic w prędkości rozpuszczania się poszczególnych składników.

Sposób rozdzielania mieszanin eutektycznych, stanowiący przedmiot wynalazku, opiera się na wyzyskaniu różnic w prędkości rozpuszczania się składników w odpowiednio dobranych rozpuszczalnikach.

W tym celu mieszaninę drobną sproszkowaną zadaje się pewną ilością rozpuszczalnika i po dokładnym wymieszaniu w ciągu określonego czasu oddziela się jednym ze znanych sposobów nierozpuszczoną pozostałość od roztworu. Czas

rozpuszczania dobiera się tak, aby cała ilość składnika szybciej rozpuszczającego się, zwanego niżej składnikiem pierwszym, przeszła do roztworu, natomiast część składnika wolniej rozpuszczającego się, nazywanego poniżej drugim, pozostała nie rozpuszczona. Otrzymany roztwór, nasycony składnikiem pierwszym i nie nasycony składnikiem drugim, zagęszcza się lub doprowadza się w inny sposób, np. przez zmianę temperatury, do stanu nasycenia składnikiem drugim, a przesylenia składnikiem pierwszym, po czym wykrystalizowuje się w sposób dowolny nadmiar składnika pierwszego do stanu równowagi. W przypadku gdy składnik pierwszy szybko krystalizuje, a składnik drugi ulega łatwo przesyleniu, roztwór po wydzieleniu pewnej części składnika drugiego, w sposób jak wyżej, doprowadza się do stanu przesylenia obydwojma składnikami a następnie wydziela się składnik pierwszy sposobem przeskoku, według patentu nr 34914. Pozostały roztwór po wydzieleniu pierwszego składnika i oddzieleniu go jednym ze

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są W. Świętosławski, A. Bylicki i Z. Lisicki w Warszawie.

znanych sposobów, np. przez odsączenie, odparowuje się do sucha i wydziela się znów składnik drugi, jak powyżej, sposobem opartym na różnicy w prędkościach rozpuszczania. Czynności te powtarza się wielokrotnie aż do całkowitego rozdzielania mieszaniny lub też dołącza się mieszaninę z dowolnego stadium procesu wydzielenia do innej o podobnym lub zbliżonym składzie.

Sposób według wynalazku nadaje się szczególnie do rozdzielania mieszaniny kwasów: nikotynowego i izonikotynowego o składzie eutektycznym lub zbliżonym do eutektycznego. Jak stwierdzono, kwas nikotynowy rozpuszcza się szybciej w rozpuszczalnikach organicznych lub nieorganicznych, np. w alkoholu etylowym lub w wodzie.

Jak stwierdzono, największą wydajność oraz najdogodniejsze warunki jednostkowego procesu rozdzielania mieszaniny obu kwasów uzyskuje się, wydzielając kwas nikotynowy, jako szybciej krystalizujący, sposobem przeskoku według patentu nr 34914, a kwas izonikotynowy, jako wolniej rozpuszczający się, sposobem według wynalazku.

Przykład: 62 g drobno sproszkowanej mieszaniny o składzie 68 % kwasu nikotynowego i 32 % kwasu izonikotynowego zadaje się 695 g alkoholu etylowego o temperaturze 70°C i po dokładnym wymieszaniu w ciągu 5 minut, oddziela się od roztworu pozostałe, nie rozpuszczone kryształy kwasu izonikotynowego w ilości 12 g. Otrzymany roztwór mieszaniny obu kwasów o zawartości 84 % kwasu nikotynowego i 16 % kwasu izonikotynowego odparowuje się do sucha, a następnie otrzymaną mieszaninę rozpuszcza się w 550 ml wody w temperaturze 90°C i po oziębieniu do 35°C oddziela się od roztworu wykryształizowany kwas nikotynowy w ilo-

ści około 17 g. Przesącz odparowuje się do sucha i powtarza znów proces od początku.

Załączanie patentowe

Sposób rozdzielania mieszanin tworzących eutektyk, znamieny tym, że drobną sproszkowaną mieszaninę o składzie odpowiadającym stosunkowi rozpuszczalności obu składników w danym rozpuszczalniku w danych warunkach, a więc otrzymaną przez odparowanie do sucha roztworu, pozostałego po wydzieleniu nadmiaru składnika głównego, np. przez krystalizację, zadaje się pewną ilością rozpuszczalnika i po dokładnym wymieszaniu w ciągu określonego czasu, (przy czym czas rozpuszczania oraz ilość rozpuszczalnika dobiera się tak, by cała ilość składnika pierwszego, szybko rozpuszczającego się, przeszła do roztworu nasycając go, natomiast by roztwór pozostał nienasycony składnikiem drugim, wolno rozpuszczającym się, którego część pozostaje więc nierozpuszczona), oddziela się w dowolny sposób nie rozpuszczony składnik od roztworu, po czym doprowadza się roztwór przez zagęszczenie lub też w inny sposób, np. przez zmianę temperatury, do stanu przesylenia obydwojema składnikami lub też do stanu przesylenia składnikiem pierwszym a nasylenia składnikiem drugim i wydziela się składnik pierwszy sposobem przeskoku lub też przez krystalizację do stanu równowagi, a następnie po oddzieleniu otrzymanych kryształów odparowuje się roztwór do sucha i wydziela znów składnik drugi powtarzając proces od początku.

Główny Instytut Chemii Przemysłowej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych