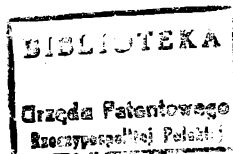


Warszawa, dnia 20 września 1952 r.

B01d 3/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 34916

Krebs & Co
(Paryż, Francja)

Kl. 12 a, 5

B01d 3/14

Sposób frakcjonowanej destylacji próżniowej oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu

Udzielono z mocą od dnia 13 stycznia 1949 r.

Rozdzielanie niektórych substancji przez frakcjonowaną destylację napotyka na duże trudności. Przykładem substancji trudnej do frakcjonowania jest mieszanina izomerów orto- i para-oksydwufenylu. Ze względu na wysokie temperatury wrzenia należy stosować destylację pod zmniejszonym ciśnieniem, tj. destylację próżniową. Zwykle znane urządzenia do frakcjonowanej destylacji próżniowej składają się z kotła, kolumny, deflegmatora na szczycie kolumny, odbieralnika destylatu oraz przewodu łączącego z przyrządem do utrzymywania ciśnienia zmniejszonego, np. z pompą próżniową. Wymieniony przewód bywa w znanych urządzeniach przyłączony do odbieralnika. Znane urządzenia stosowane do rektyfikacji wielu substancji organicznych nie nadają się do rozdzielania izomerów oksydwufenylu z przyczyn podanych poniżej.

Zarówno orto- jak i para-oksydwufenyl kryształizują w deflegmatorze i w chłodnicy na skutek wysokiej temperatury topnienia. Poza tym zwłaszcza utrudnia zadanie zdolność izomeru para do sublimacji. W odbieralniku należy za-

tem utrzymywać destylat w stanie ciekłym, a w tej temperaturze para-oksydwufenyl sublimuje do rurociągu próżniowego zatykając go oraz przedostaje się do pompy próżniowej powodując w niej korozję i uszkodzenia wymagające częstej naprawy.

Wynalazek usuwa wymienione trudności związane z rozdzielaniem mieszaniny orto- i para-oksydwufenylu. Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do frakcjonowanej destylacji próżniowej oraz sposób prowadzenia destylacji w tym urządzeniu.

Urządzenie według wynalazku różni się od urządzeń znanych przede wszystkim tym, że przewód łączący z przyrządem wytwarzającym próżnię, np. z pompą próżniową, jest przyłączony do chłodnicy zwrotnej umieszczonej na szczycie kolumny rektyfikacyjnej. Dzięki takiemu układowi próżnię w urządzeniu wytwarza się przez wymienioną chłodnicę zwrotną.

Działanie urządzenia według wynalazku odróżnia się od znanych sposobów destylacji próżniowej również i tym, że pary wychodzące z gór-

nej części kolumny rektyfikacyjnej nie podlegają frakcjonowanemu wykraplaniu w deflegmatorze, czyli chłodnicy zwrotnej, na szczycie kolumny, lecz wykraplają się w tej chłodnicy całkowicie. Część wytworzonych skroplin odprowadza się na zewnątrz urządzenia do odbieralnika z zamknięciem barometrycznym. Reszta skroplin spływa w zwykły sposób wewnątrz kolumny. Jak wiadomo, zdolność rektyfikacyjna kolumny zależy w wysokim stopniu od ilości cieczy zwrotnej. Ilość ta nie może być zbyt wielka w stosunku do ilości odbieranego destylatu ze względu na związane z tym nadmierne zużycie ciepła oraz na powolność destylacji. Z drugiej strony nie może ona być zbyt mała w przeciwnym bowiem razie nie będzie zapewniona dostateczna dokładność frakcjonowania. W urządzeniu według wynalazku, w którym cała ilość par podlega skropleniu, a ilość ściekająca w kolumnie zależy od ilości cieczy odprowadzanej, można regulować stopień dokładności frakcjonowania regulując ilość odbieranego destylatu. Urządzenie według wynalazku jest zopatrzone w narząd do przeprowadzania tej regulacji umieszczony poza częścią urządzenia znajdującą się pod zmniejszonym ciśnieniem, co umożliwia regulowanie dokładności i frakcjonowania w ciągu pracy. Osiąga się to przez zastosowanie narządu do chwywania skroplin spływających z chłodnicy zwrotnej oraz odprowadzanie dowolnej części tych skroplin przez zamknięcie barometryczne.

Zamknięcie barometryczne odbieralnika winno być wykonane w ten sposób, aby ilość cieczy zamykającej była jak najmniejsza. Im jest ona mniejsza, tym mniej otrzymuje się frakcji pośrednich między odbiorem poszczególnych składników.

W miarę przeprowadzania destylacji wzrasta temperatura par w kolumnie oraz zmienia się skład destylatu. Najpierw przechodzi izomer orto następnie frakcja pośrednia, a następnie izomer para. Podczas destylacji czystego orto-oksydwufenylu nie jest potrzebna wielka ostrość frakcjonowania, natomiast pożądaną jest zwiększenie prędkości destylacji. Osiąga się to przez większy odbiór destylatu. Gdy następuje destylacja obu składników, należy zmniejszać odbiór destylatu na korzyść zwiększania ilości ściekającej w kolumnę, przez co osiąga się lepszy rozdział składników i mniejszą ilość frakcji pośredniej. Gdy wreszcie przechodzi już czysty para-oksydwufenyl, można znowu zwiększyć ilość odpływającego destylatu, przyspieszając ukończenie destylacji.

Aby uniknąć krystalizacji w chłodnicy zwrotnej, zamiast chłodzić ją w zwykły sposób powietrzem lub wodą, stosuje się do jej chłodzenia

ciecz o temperaturze nieco wyższej od temperatury krzepnięcia wytwarzających się skroplin. Zwłaszcza jest rzeczą korzystną stosowanie do tego celu odpowiedniego gatunku oleju, przy czym olej krąży i jest chłodzony wodą do odpowiedniej temperatury.

Rysunek przedstawia przykład urządzenia do destylacji według wynalazku. Składa się ono z kotła 1, kolumny rektyfikacyjnej 2, chłodnicy zwrotnej 3, umieszczonej na kolumnie i zaopatrzonej w przewód 4 połączony z niewidoczną pompą ssącą. Poniżej chłodnicy 3 znajduje się narząd do chwywania skroplin 5, np. w postaci jednej z półek kolumny rektyfikacyjnej, lub w postaci lejka. Narząd 5 jest połączony z rurą barometryczną 6 zanurzoną w odbieralniku 7. Odbieralnik 7 jest zaopatrzony w zawór regulacyjny 9. Zdławienie tego zaworu powoduje przelewanie się części skroplin, które może być uskutecznione w jakikolwiek sposób, np. przewodem 8. Narządy znajdujące się poza kolumną są pokryte izolacją cieplną i ewentualnie zaopatrzone w grzejniki, aby utrzymywać destylat w stanie ciekłym.

Mieszaninę orto- i para-oksydwufenylu, wprowadzoną do kotła 1 i w dowolny sposób ogrzewaną, destyluje się poprzez kolumnę 2 z zastosowaniem próżni wytworzonej przy pomocy niewidocznionej pompy ssącej połączonej przewodem 4 z chłodnicą zwrotną 3, chłodzoną olejem o temperaturze określonej powyżej, przy czym wykrapla się całą ilość par. Skropliny uchwycone przy pomocy narządu 5 częściowo odprowadza się na zewnątrz urządzenia poprzez rurę barometryczną 6, odbieralnik 7 oraz zawór 9, a częściowo doprowadza z powrotem do górnej części kolumny, przewodem 8 lub innym przelewem zastosowanym w narządzie 5.

Urządzenie według wynalazku nadaje się również do frakcjonowania surowego oksydwufenylu zawierającego fenol, przy czym można otrzymywać w jednej destylacji trzy składniki w stanie czystym. Poza tym urządzenie i sposób według wynalazku mogą służyć do rozdzielania mieszanin jakichkolwiek innych substancji organicznych o wysokich temperaturach wrzenia i topnienia, spośród których przynajmniej jedna posiada skłonność do sublimacji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób frakcjonowanej destylacji próżniowej mieszanin, zawierających składniki wysoko wrzące i skłonne do sublimacji, zwłaszcza mieszaniny o- i p-oksydwufenylu, znamienny tym, że pary w chłodnicy zwrotnej skrapla się całkowicie chłodząc je cieczą

o temperaturze nieco wyższej od temperatury krzepnięcia wytwarzających się skroplin, część skroplin odprowadza się z urządzenia przewodem z zamknięciem barometrycznym, a resztę skroplin zawraca się do górnej części kolumny rektyfikacyjnej, przy czym próżnię wytwarza się poprzez chłodnicę zwrotną.

2. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1, składające się z kotła, kolumny rektyfikacyjnej i chłodnicy zwrotnej, natomiast tym, że przewód próżniowy (4) jest połączony z chłodnicą zwrotną (3), umieszczo-

ną na kolumnie rektyfikacyjnej (2), przy czym skropliny zbiera się w urządzie (5), połączonym za pomocą rury barometrycznej (6) z odbieralnikiem (7) zaopatrzonym w zawór (9) regulujący odpływ odbieranego destylatu i umieszczony poza częścią urządzenia, znajdującą się pod zmniejszonym ciśnieniem.

Krebs & Co

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

