



Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 26.II.1964 (P 103 848)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 8.II.1967

Kl. 12 c, 2

MKP B 01 d 9/00

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Alfred Rabczuk, doc. dr Zygmunt Lisicki, mgr inż. Bogusław Nowicki

Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia Śląska (Polska)

### Urządzenie do oczyszczania krzepnących substancji metodą wielostrefowej krystalizacji

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do oczyszczania krzepnących substancji metodą wielostrefowej krystalizacji, które może być stosowane w skali technicznej.

Strefowa krystalizacja jest znaną dopiero od niewielu lat metodą oczyszczania substancji.

Stopień oczyszczenia substancji tą metodą jest wielokrotnie wyższy niż innymi klasycznymi metodami, na przykład przez destylację lub zwykłą krystalizację. Metodą tą zawartość zanieczyszczeń można nawet obniżyć do rzędu  $10^{-5}$  —  $10^{-7}$  %, co jest trudne do osiągnięcia innymi metodami. Metoda strefowej krystalizacji opiera się na różnicy rozpuszczalności zanieczyszczeń w danej substancji w stanie stałym i w stanie ciekłym. Najczęstszy przypadek jest taki, że zanieczyszczenia rozpuszczają się gorzej w stanie ciekłym, przy równoczesnym obniżeniu temperatury krzepnięcia substancji oczyszczanej.

Urządzenia do strefowej krystalizacji mogą mieć różną budowę lecz na ogół zbudowane są w kształcie wydłużonych pojemników o dowolnym przekroju, wypełnionych substancją oczyszczoną, w których topi się wąską strefę i przesuwają ją wolno z jednego końca na drugi. Topienie stref następuje dzięki zamontowaniu zewnętrznych, ruchomych grzejników. Szybkość przesuwu jest bardzo mała i ściśle określona dla danej substancji. Przeciętnie wynosi ona

2

od 0,5 do 2 cm/godz. dla substancji organicznych. Na skutek przesuwania się strefy substancja jest z jednej strony strefy nadtapiana, a z drugiej krystalizuje.

5 Zanieczyszczenia przesuwają się wraz z fazą ciekłą w tym samym kierunku i zbierają się w końcu pojemnika. Operację można przeprowadzić wielokrotnie, lub też można przesuwąć więcej niż jedną strefę. Gdy oczyszcza się substancję topiącą się w niskiej temperaturze, strefy mogą być chłodzone; zasada działania pozostaje jednak ta sama.

15 Proces strefowej krystalizacji w wyżej wymienionych urządzeniach można prowadzić okresowo lub w sposób ciągły. Proces okresowy polega na jednorazowym załadunku pojemnika i przesuwaniu stopionych stref tyle razy, aż uzyska się żądany stopień oczyszczenia. W procesie ciągłym surowiec podaje się w pewnym punkcie pojemnika i odbiera się oczyszczony produkt oraz zanieczyszczenia na przeciwnych końcach pojemnika. Część pojemnika pomiędzy punktem dozowania surowca a punktem odbioru produktu, nazywa się sekcją wzbogacającą, a część pojemnika pomiędzy punktem dozowania surowca i punktem odbioru zanieczyszczeń nazywa się sekcją odpędową, analogicznie do procesu rektyfikacji.

30 Praktycznie biorąc ciąglą krystalizację strefową stosuje się dotychczas na niewielką skalę

do oczyszczania takich substancji jak np. krzem, german i niektóre metale używane w przemyśle elektronicznym. W przypadku substancji organicznych proces krystalizacji strefowej udało się dotychczas zrealizować tylko w małej skali laboratoryjnej. Przeszkodą w powiększeniu wymiarów urządzeń jest słabe przewodnictwo cieplne substancji organicznych. W urządzeniach tych stosuje się dotychczas, w celu wytwarzania stopionych stref, tylko ogrzewanie zewnętrzne co jednak zawodzi w urządzeniach o dużej średnicy z powodu ograniczonej wymiany ciepła, spowodowanej niekorzystnym stosunkiem powierzchni pojemnika do przekroju. Wytopienie poprzecznych stref w takich urządzeniach trwałoby bardzo długo a ponadto na skutek konwekcji wytopione strefy byłyby rozmowywane. Zjawiska te stwierdzono doświadczalnie na odpowiednich modelach.

W urządzeniu według wynalazku zamiast zewnętrznych ruchomych grzejników, jak to miało miejsce w wyżej opisanych znanych urządzeniach, zastosowano wewnętrzne nieruchome grzejniki i chłodnice, którymi są węzownice z rurek.

Jak pokazano na rysunku, urządzenie składa się z pojemnika 1 z pokrywą 2 i zaopatrzone jest w cały szereg węzownic 3 rozmieszczonych poprzecznie co kilka centymetrów na całej długości pojemnika. Węzownice są wygięte w kilka skrętów w taki sposób, aby ogrzewały lub chłodziły możliwie równomiernie cały przekrój roboczy urządzenia. Nie powinny one posiadać zbyt dużej, średnicy, co utrudniałoby dyfuzję. W pokrywie 2 znajduje się wlot surowca 4. Na przeciwnych końcach pojemnika na odpowiednich wysokościach umieszczone są wyloty dla produktu 5 i zanieczyszczeń 6. Urządzenie jest zaizolowane ze wszystkich stron.

Przy zastosowaniu wewnętrznych grzejników i chłodnic, służących do formowania stref, stosowanie strefowej krystalizacji nie jest ograniczone średnicą urządzenia i staje się możliwe powiększenie skali tego procesu.

Zasada działania urządzenia jest następująca: Po napełnieniu pojemnika surowcem, do kilku sąsiadujących węzownic wpuszcza się medium grzejne a do innych medium chłodzące. W ten sposób tworzą się strefy stopione w miejscu, gdzie następuje grzanie i skrzepnięte w miejscu gdzie następuje chłodzenie. Szerokość stref zależy od ilości sąsiadujących rurek, przez które płynie medium grzejne lub chłodzące. Aby spowodować przesunięcie się stref w regulowanych odstępach czasu zamyka się przepływ medium chłodzącego w jednej rurce leżącej na skraju strefy skrzepniętej i wpuszcza się medium grzejne oraz analogicznie w tym samym czasie zamyka się dopływ medium grzejnego a wpuszcza chłodzące do skrajnej rurki strefy grzejnej. Urządzenie może posiadać wiele sekcji

równocześnie ogrzewanych i chłodzących, co wielokrotnie zwiększa wydajność aparatu.

W tym celu wszystkie węzownice dzieli się na sekcje, których szerokość odpowiada sumie szerokości jednej strefy skrzepniętej i jednej strefy stopionej. Następnie łączy się z sobą szeregowo lub też równoległe po jednej rurce w każdej sekcji. Jeżeli na przykład sekcja zawiera 10 rurek, to łączy się ze sobą rurki 1-szą, 11-tą, 21-szą, 31-szą, i tak dalej, a następnie 2-gą, 12-tą, 22-gą 32-gą itd. Po uzyskaniużądanego oczyszczenia substancji rozpoczyna się dozowanie surowca i odbiór produktu i zanieczyszczeń.

Materiał jest transportowany na skutek przesuwania się stref — w sekcji wzbogacającej zgodnie z kierunkiem ruchu stref, a w sekcji odpędowej naprzeciw kierunku ruchu stref. Szybkość przesuwu materiału zależy od szybkości przesuwania się stref, od szerokości stref stopionych i ilości stref. Oczywiście, aby możliwy był jakikolwiek transport materiału musi pozostać prześwit pomiędzy powierzchnią substancji oczyszczonej a pokrywą aparatu.

Urządzenie w wielu przypadkach, gdy temperatury krzepnięcia substancji oczyszczonych nie są wysokie, może być ogrzewane ciepłem odpadkowym i chłodzone może być zwykłą wodą. Na skutek czego koszty eksploatacji mogą być znikome. W razie potrzeby urządzenie to może również działać okresowo.

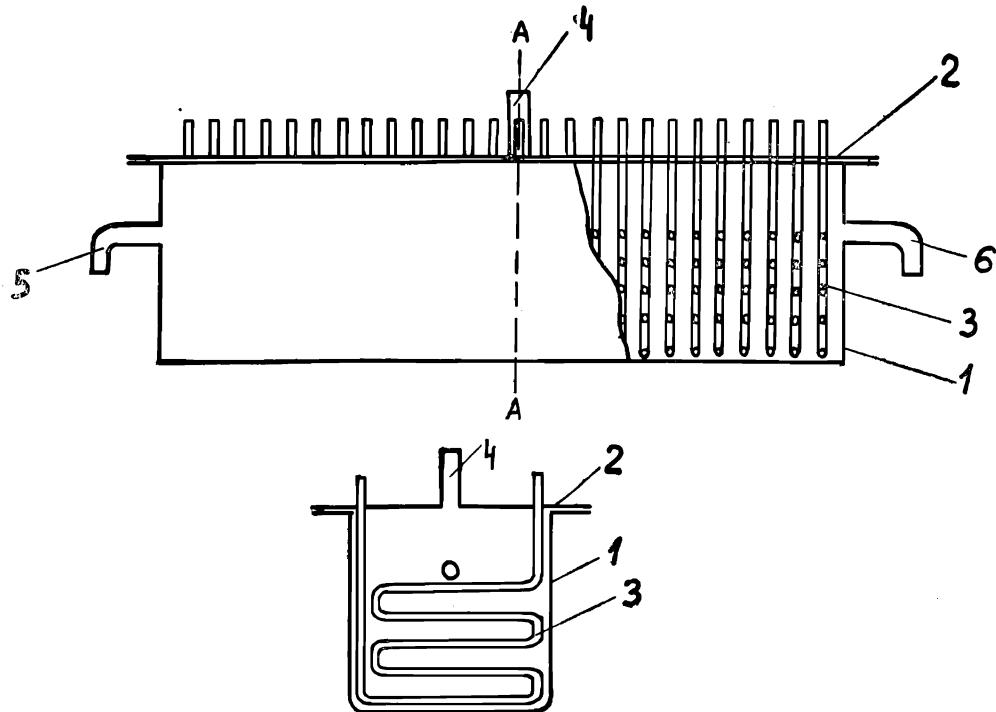
Przykład. Urządzenie jak na rysunku ma długość 2500 mm, szerokość 160 mm i pojemność roboczą około 50 litrów. Zaopatrzone jest w 100 węzownic z rurek o średnicy 10 mm w odstępach 25 cm i wygiętych w taki sposób jak na rysunku. Węzownice podzielone są na 10 sekcji po 10 sztuk w każdej sekcji i połączone według schematu podanego w opisie. Do czterech rurek wpuszczano wodę gorącą o temperaturze około 95°C a do pozostałych sześciu wodę zimną o temperaturze około 15°C. W jednakowych odstępach czasu następowało przełączenie przepływu medium w kolejnych węzownicach tak, że szybkość przemieszczania stref wynosi 12,5 mm na godzinę.

Próbie oczyszczania, głównie od związków siarkowych poddano naftalen prasowany koloru szarego o temperaturze krzepnięcia 79,8°C i zawartości 0,27% siarki całkowitej. Po napełnieniu aparatu uruchomiono przepływy medium grzejnego i chłodzącego, a po ustaleniu równowagi rozpoczęto dozowanie surowca z szybkością 0,5 kg na dobę. Na jednym końcu aparatu odbierano bezbarwny produkt o temperaturze krzepnięcia 80,1°C i zawartości siarki całkowitej poniżej 0,1%. Na drugim końcu aparatu odbierano zanieczyszczenia koloru ciemno-brązowego, ciekłe w temperaturze pokojowej. Oprócz naftalenu związków siarkowych w ilości 15% zanieczyszczenia zawierały ponadto inne składniki jak metylonaftaleny, fenole.

## Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do ciągłego oczyszczania krzepnących substancji metodą wielostrefowej krystalizacji, **znamiennie tym**, że składa się z pojemnika (1) z pokrywą (2), w której znajduje się

wlot surowca (4), szeregu nieruchomych wewnętrznych węzownic (3) rozmieszczonych poprzecznie co kilka centymetrów na całej długości pojemnika oraz z dwóch wylotów, dla produktu (5) i zanieczyszczeń (6), umieszczonych na przeciwległych końcach pojemnika.



przekrój A — A