

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET  
KØBENHAVN

(12) FREMLÆGGESESSKRIFT



(11) 153055 B

(21) Patentansøgning nr.: 229778

(51) Int.Cl.<sup>4</sup> B 01 D 9/02

(22) Indleveringsdag: 24 maj 1978

(41) Alm. tilgængelig: 01 dec 1978

(44) Fremlagt: 13 jun 1988

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 31 maj 1977 CH 6639/77 24 apr 1978 CH 4367/78

(71) Ansøger: GEBRUEDER \*SULZER AKTIENGESELLSCHAFT; CH-8401 Winterthur, CH

(72) Opfinder: Rudolf \*Bischof; CH, Heinz \*Rhyner; CH, Kurt \*Saxer; CH

(74) Fuldmægtig: Firmaet Chas. Hude

(54) Fremgangsmåde og apparat til adskillelse af stoffer ved krystallisering

(56) Fremdragne publikationer

DE freml. skrift nr. 1052359

DK 153055 B

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde og et apparat til adskillelse af stoffer ved hjælp af krystallisering og af den i krav 1's henholdsvis krav 11's indledning angivne art.

5 Fremgangsmåden egner sig især til at dele fedtsyreesterblandinger, såvel som andre langsomt krystalliserbare og/eller vanskeligt filtrerbare stofblandinger. Naturlige fedtstoffer eller oli-  
er er blandinger af mono-, di- og triglycerider af mættede og umættede fede syrer. Ved deres videre anvendelse forekommer pro-  
10 blemet med at opdele det naturlige råmateriale i to eller flere fraktioner med snævert smelteområde; dvs. i fedt- og oliefraktioner. Delen med det højeste smeltepunkt er hyppigt ikke egnet til brug i levnedsmidler og kan kun anvendes til tekniske formål. Af økonomiske grunde skal den frasepareres i en så koncentreret form  
15 som muligt.

Naturlig palmeolie har et smeltepunkt på ca. 40°C. Den opgave, herfra at udvinde en oliefraktion med et smeltepunkt lavere end 10°C med godt udbytte er et problem, der i dag endnu ikke er løst på tilfredsstillende måde i forbindelse med store mængder.  
20

En tilsvarende separationsopgave forekommer, efter at glycerider ved omestring omdannedes til methyl- og andre estere af fedtsyren.

25 Inden for levnedsmiddelteknologien og i den kemiske teknik er adskillelsen af stofblandinger under udnyttelse af forskellige krystallisationstemperaturer for komponenterne en almindeligt benyttet teknik. Denne med hensyn til de benyttede temperaturer skånende arbejdsmåde giver i mange tilfælde store fordele i forhold til andre mulige fremgangsmåder, f.eks. destillering. Ved  
30 opdelingen af blandinger af kemisk beslægtede substanser er krystallisation hyppigt af økonomiske grunde den foretrukne separationsfremgangsmåde.

35 Dette gælder i og for sig også for separeringen af fedtsyreesterblandinger. Her er imidlertid anvendelsen af krystallisering særlig vanskelig, fordi de krystalliserbare komponenter har en kraftig tendens til underafkøling og efter udløsning af krystaldan-

nelsen så danner kun lidt selektive krystalblandinger. Videre er adskillelsen af krystallerne fra den flydende fase med kendte midler, såsom sedimentering eller filtrering, bekostelig og forholdsvis lidt selektiv. Ved tilsætning af et opløsningsmiddel kan disse forhold forbedres noget; men de til grund liggende problemer forbliver uændrede. Ekstra problemer i forbindelse med brugen af krystalliseringen optræder også ved, at den krystalliserende substans ved sænkning af temperaturen kan antage forskellige krystalmodifikationer.

Ved en kendt fremgangsmåde til adskillelse af blandinger af glycerider af fedtsyrer, den såkaldte winterisering, afkøles tankens udgangsblanding langsomt og lagres i længere tid ved sluttemperaturen. Ved tankens bund danner der sig en krystalfraktion, og i tankens øvre del en flydende oliefraktion, der derefter kan opdeles ved dekantering. Denne fremgangsmåde er tidsrøvende, og på grund af manglende selektivitet ikke særlig gunstig med hensyn til udbyttet.

Ved andre kendte fremgangsmåder opløses udgangsblandingen med et opløsningsmiddel i stort overskud, og derpå langsomt afkølet i en røreværkbeholder eller i en Kratzkrystallisator. Efter at sluttemperaturen er nået, skiller man krystallerne fra den flydende fase i centrifugen eller i filteret, hvorved man ved vask med friskt, koldt opløsningsmiddel forhøjer selektiviteten. Ved opdeling af palmeolie efter denne fremgangsmåde anvender man som opløsningsmiddel acetone eller methylethyl-keton (MEK). Det har vist sig, at det på grundlag af denne fremgangsmåde er vanskeligt at opnå oliefraktioner med et lavt smeltepunkt. Desuden er anvendelsen af mekaniske midler ved krystaldannelsen og krystaladskillelsen meget kostbar og ikke særlig driftssikker.

Det er den foreliggende opfindelses formål at anvise en fremgangsmåde og et apparat, der ikke har de kendte fremgangsmåders ovenfor beskrevne ulemper.

Dette formål tilgodeses ved, at den indledningsvist omtalte fremgangsmåde ifølge opfindelsen er ejendommelig ved det i den kendetegnende del af krav 1 angivne, og ved at det i indledningen om-

talte apparat ifølge opfindelsen er ejendommeligt ved det i den kendetegnende del af krav 11 angivne.

Man fandt, at opdelingen af fedtsyreestere ved krystallisering særlig virkningsfuldt er mulig, når der til udgangsstoffet sættes  
5 et opløsningsmiddel af alkanrækken, fortrinsvis hexan (alkan  $C_6$ ), og der køles langsomt, hvorved de dannede krystaller under afkølingen til stadighed udskilles fra den flydende fase.

Man fandt, at fraktioneringskolonnen arbejder særlig virkningsfuldt, når den er udformet, som angivet i den kendetegnende del  
10 af krav 11. Når den opløsning der indeholder krystallerne bliver rislet på de svagt hældende og tværstrømsforbundne filterflader, holdtes krystallerne tilbage i filterfladerne, medens den for krystallerne befrieede opløsning drypper igennem og samles forinden i kolonnen. Filterfladerne fyldes og belægges oppe fra og  
15 nedefter fortskridende fuldstændigt med krystaller. Når de øvre filterflader er fyldt, flyder den opløsning, der indeholder krystallerne, i tværstrøm over disse filterflader væk til de nedenunder liggende, endnu aktive filterflader, der herpå sluttelig også  
20 fyldes med krystaller.

Man fandt, at man efter at have nået den til den ønskede fraktionering svarende sluttemperatur, kunne standse kredsløbet og udtømme olie-op-løsningsmiddelfraktion. Ved at cirkulere friskt opløsningsmiddel og  
25 køle ved samme temperatur lader krystalfraktionen i fraktioneringskolonnen sig effektivt vaske én til flere gange. Den opsamlede vaskeopløsning kan man udtage efter hver vaskning, og enten tilføre den til oliefraktionen eller benytte den som opløsningsmidlet til råmaterialet for den næste fraktionering.

30 De resterende, i fraktioneringskolonnen værende krystaller, kan man efter tilsætning af én del opløsningsmiddel, og efter cirkulering under varmetilførsel, udtage i smeltet form.

35 Et udførelseseksempel for den foreliggende opfindelse beskrives nedenfor på grundlag af tegningen. På denne viser:

fig. 1 et udførelseseksempel for et apparat til adskillelse af stoffer ved hjælp af krystallisering,

fig. 2 et udførelseseksempel for en fraktioneringskolonne, således som den finder anvendelse ved indretningen ifølge fig. 1,

fig. 3 i forstørret målestok en fordelagtig udførelsesform for en hulleplade og et filter i fraktioneringskolonnen, og

fig. 4 en anden udførelsesform for fraktioneringskolonnen.

Det i fig. 1 viste apparat består i det væsentlige af en samletank 1, en pumpe P, et køle-/opvarmeorgan 2, en fraktioneringskolonne 3, der alle er forbundet til ét kredsløb. I dette kredsløb er der endnu anbragt en ventil  $V_3$ . Til oplagring af mellemfraktioner er der tilvejebragt en eller flere tanke 4. Forbindelsen fra kredsløbet 7 til tanken 4 sker over ventilen  $V_4$ . Når det ønskes, kan indholdet af mellemtanken 4 igen tilføres kredsløbet 7 over ventilen  $V_7$ , og den til samletanken 1 førende ledning 8. Tilførslen af råmaterialet R og af opløsningsmidlet IM til kredsløbet sker over ventilerne  $V_1$ , henholdsvis  $V_2$ . Fraktionen HF, der smelter ved den højeste temperatur, kan pumpes væk via ventilen  $V_5$ , og fraktionen TF, der smelter ved den laveste temperatur, kan pumpes væk via ventilen  $V_6$ .

Før fremgangsmåden nu beskrives i enkeltheder er det hensigtsmæssigt at betragte opbygningen af fraktioneringskolonnen 3. Et foretrukket udførelseseksempel for fraktioneringskolonnen er gengivet i fig. 2. Den udviser fortrinsvis et lodret, cylindrisk hus G. Foroven er der tilvejebragt en fordelerplade B, der f.eks. kan være en hulleplade. Dette muliggør en ensartet overrisling af kolonnetværsnittet.

I fraktioneringskolonnen befinder der sig vandret anbragte filterflader C, der udviser i indbyrdes afstand fra hinanden anbragte huller L, hvorigennem væsken, der strømmer gennem eller over filtermaterialet, kan dryppe ned på den næste, lavere beliggende filterflade C. Hullerne L af ved siden af hinanden beliggende filterflader C er anbragt forskudt i forhold til hinanden, således at væske altid skal tilbagelægge en vejstrækning i vandret retning på filterfladen C, før den kan dryppe ned gennem hullerne L på den nedenunder beliggende filterflade C. Hensigtsmæssigt er filterfladerne C anbragt på mindst to i indbyrdes afstand fra hinanden anbragte distanceholdere D. Filterfladerne danner tilsammen med hullepladen B en enhed, der kan indsættes som et hele i kolonnen og igen udtages af denne. Afstandsholderne D er rør, der rager

noget ud over fordelerpladen B. Disse rør danner dermed en forbindelse mellem kolonnens øvre og nedre del, hvorigennem en udluftning er mulig. Normalt flyder ingen væske gennem rørene D. Skulle imidlertid af en eller anden grund hulpladen B blive tilstoppet, så kan væsken flyde gennem rørene D, således at der ikke opstår noget utilladeligt overtryk i kolonnen. Rørene D er lejrede på en bærerist T.

Hver filterflade C har en bærekonstruktion med en plan si- eller hulplade S, hvorpå filtermaterialet ligger. Filtermaterialet består fortrinsvis af nålefilt. Nålefiltens materiale og struktur kan i vidtgående omfang tilpasses det foreliggende fraktioneringsproblem. Ved glycerider har polypropylen og polyestre vist sig som et brugeligt materiale. Nålefiltens foretrukne tykkelse ligger omkring 5 til 10  $\mu\text{m}$ . Poreåbningen andrager fortrinsvis ca. 50 mikron.

Selv om det er muligt at udforme filtret C og hullepladen S på en sådan måde, at de i disse tilvejebragte huller passer nøjagtigt til hinanden, så er den i fig. 3 viste udførelsesform dog fordelagtigere. Her er der i hullepladen S og praktisk taget over hele fladen fordelt en mængde med lille afstand fra hinanden anbragte små huller l med en diameter på ca. 4 mm, medens filteret C ligeledes udviser hen over hele fladen fordelte, forholdsvis få, men større huller L med en diameter på ca. 10 mm og i større indbyrdes afstand. Således får man, når man lægger filteret C på hullepladen, stadigvæk gennemstrømningsåbninger for væsken. I stedet for en hulleplade kan der også anvendes en si. For at forhindre, at nålefiltten slår sig opadtil, er det også fordelagtigt at anbringe et trådgitter I hen over dette.

Den beskrevne opbygning af fraktioneringskolonnen sikrer ved krystalliseringen en ensartet belægning af filterfladerne fra oven og ned, uden at væsken dæmmes op. De dannede fine krystaller hæfter til nålefiltens fibre. Den resterende væske strømmer gennem og hen over filten til hullerne L eller l og drypper på den næstlavere filterflade C. Det samme foregår også ved de efterfølgende filterflader C. Det har vist sig, at med denne konstruktion skal en forholdsvis ringe mængde væske tilbagelægge en forholdsvis kort strækning, hvorved strømningshastighederne er små. Med andre ord er kolonnens såkaldte "Holdup" lille. Der opstår ensartet aflejring på alle filterflader C. Der dannes ingen uregelmæssighe-

der på filterfladerne, der kanaliserer væsken. Dette er af særlig betydning ved en vaskning, fordi så alle filterfladerne vådgøres og renses af væsken.

- 5 En anden udførelsesform for fraktioneringskolonnen 3 er vist i fig. 3. Ved denne udførelsesform udviser fraktioneringskolonnen 3 hensigtsmæssigt et ved lodrette og fra oven og nedadtil let indadrettede vægge W afgrænset hus. For oven er der tilvejebragt en fordelerplade B, der f.eks. kan være en hulleplade, hvortil der fører fordelerledninger
- 10 A. Dette muliggør en ensartet overrisling af kolonnetværsnittet.

I fraktioneringskolonnen befinder der sig i forhold til vandret svagt hældende filterflader C, der enkeltvis eller i grupper er forbundet ved omstyringsorganer D. På bundfladen F af fraktioneringskolonnen 3 kan

15 den afstrømmende opløsning samle sig og strømme ud gennem udløbsledningen E.

Hver filterflade C har en bærekonstruktion med en plan si- eller hulplade S, på hvilken filtermaterialet ligger. Filtermaterialet består

20 fordelagtigt af nålefilt og er hensigtsmæssigt punktvis forbundet med hullepladen S.

Nålefiltens materiale og struktur kan i vid udstrækning tilpasses det stillede fraktioneringsproblem. Ved glycerider har polypropylen og poly=

5 ester vist sig som dueligt materiale. De fine krystaller hæfter til fibre af disse materialer. Filtens foretrukne tykkelse ligger mellem 5 til 10 mm. Porevidden andrager fortrinsvis ca. 50  $\mu$ /mikron.

Den beskrevne opbygning af fraktioneringskolonne 3 sikrer ved krystalliseringen en ensartet belægning af filterfladerne fra oven og nedefter,

0 uden at væsken dæmmes op. Efter krystalliseringen løber restvæsken fuldstændigt og hurtigt af. Ved vaskningen og ved smeltningen af krystallerne bliver igen alle filterflader vædet af væsken. Den viste konstruktion gør det muligt, at alle krystaller ved afsmeltningen kommer i kon-

5 takt med den varme væske og derved afsvækkes og fjernes hurtigt og fuldstændigt.

Efter denne beskrivelse af apparaterne og deres funktion forstås den nedenfor beskrevne fremgangsmåde let, hvorved også fremgangsmådens fordele bliver let erkendelige.

- Ved begyndelsen af fremgangsmåden bliver råmaterialet, i det foreliggende tilfælde palmeolie, og opløsningsmidlet indført i kredsløbet. Efter kortvarig køling til ca.  $15^{\circ}\text{C}$  under opløsningens flydepunkt  $\times$ ) udløses krystalliseringen, hvorpå temperaturen igen hæves ca.  $10^{\circ}\text{C}$ .
- 5 Der dannes forholdsvis store krystaller, der efter kort tid tilbageholdes i fraktioneringskolonnen 3. Den i kredsløbet cirkulerende opløsning er så klar. Nu sænkes ved køling med køle-/opvarmningsorganet 2 temperaturen for den i kredsløbet cirkulerende opløsning omtrent lineært med tiden, til den til den ønskede fraktionering svarende slut-
- 10 temperatur. Opløsningen forbliver derved praktisk taget klar, hvilket betyder, at den frembragte underafkøling af opløsningen til stadighed ved krystaldannelsen og krystallernes voksen i kolonnen igen nedbrydes.
- 15 Efter afbrydning af cirkulationspumpen P og afdrypningen af restopløsningen fra fraktioneringskolonnen 3 pumpes igen den afkølede opløsning væk fra samletanken 1 som en ved lav temperatur smeltende fraktion TF over den med ventil  $V_6$  forsynede ledning.
- 20 Efter indføring af friskt opløsningsmiddel over ventilen  $V_2$  cirkuleres dette under yderligere køling, hvorved de krystaller, der befinder sig i fraktioneringskolonne 3, vaskes. Denne vaskeopløsning kan ligeledes pumpes væk som en ved lav temperatur smeltende fraktion TF. Fortrinsvis foretages der derpå igen en til to yderligere dermed ens vaskninger,
- 25 idet vaskeopløsningen hver gang pumpes ind i mellemtanken 4.
- Efter indføring af yderligere opløsningsmiddelmængde cirkuleres opløsningsmidlet nu under opvarmning, hvilket har til følge, at de i fraktioneringskolonnen 3 tilstedeværende krystaller smeltes og indføres i
- 30 opløsningen. Denne opløsning kan så pumpes væk som den ved høj temperatur smeltende fraktion HF. Med en yderligere opløsningsmiddelmængde fjernes derpå resterne af den ved høj temperatur smeltende fraktion fra fraktioneringskolonnen og kredsløbet 7.
- 35 Nu kan der ske en yderligere operationscyklus, idet der igen over ventilen  $V_1$  tilføres kredsløbet 7 råmateriale, men hvor man benytter det
- $\times$ ) liquiduspunkt

ved vaskningen benyttede opløsningsmiddel fra tanken 4, idet ventilen  $V_7$  åbnes. Om nødvendigt kan der dog også ske en tilføring af nyt opløsningsmiddel over ventilen  $V_2$ .

- 5 Det skal endnu nævnes, at det opløsningsmiddel, der er indeholdt i den ved lav temperatur smeltende og den ved høj temperatur smeltende fraktion igen indvindes ved destillering, hvorpå det igen kan anvendes. Efter destilleringen foreligger slutprodukterne i den ønskede form.
- 10 Den beskrevne fremgangsmåde kan ændres på forskellig måde. Således er det ved opdeling i to fraktioner muligt at tilpasse antallet af vaskninger og fordelingen af opløsningerne efter vasken, afhængig af det foreliggende fraktioneringsproblem.
- 15 Ved det i fig. 1 viste apparat kan der også gennemføres en fraktionering i tre eller flere fraktioner. Som allerede ovenfor beskrevet udskilles derved en første fraktion med et højt smeltepunkt. Resterne og en del af vaskeopløsningerne bliver derpå i tilslutning hertil underkastet en anden fraktionering, hvorved der udtages en ved lav temperatur
- 20 smeltende fraktion som væske og en ved middeltemperatur smeltende fraktion som krystaller. Den samme fraktionering kunne også opnås ved hjælp af to i serie koblede apparaturer ifølge fig. 1.

Heller ikke konstruktionen af fraktioneringskolonnen 3 er begrænset til

25 den beskrevne tværstrømsstyring af vasken. Filterfladerne kan f.eks. også være anbragt i form af en eller flere parallelt løbende, med lodret rettede arkimediske skruer.

Den beskrevne fremgangsmåde har et stort antal fordele i forhold til

30 de hidtil anvendte fremgangsmåder, hvorved fremgangsmåden bliver særlig interessant til brug ved fedtsyreglycerider. Ved fraktioneringen af fedtsyreglycerider, der ellers anses for at være vanskelig, opnås en stort smeltepunktsdifferens, hvilket fører til et godt udbytte.

35 Anvendelsen af opløsningsmidler fra alkanrækken, især hexan, er ufarlig inden for levnedsmiddelteknologien. På grund af den lave fordampningsvarme er dette opløsningsmiddels anvendelse også interessant med hensyn

til energi. Den nødvendige opløsningsmiddelmængde er i forhold til kon-  
ventionelle opløsningsmiddelfremgangsmåder væsentligt lavere. Med hen-  
syn til ændringer vedrørende krav til fraktioneringen viser fremgangs-  
måden sig meget fleksibel. Det er også særlig fordelagtigt, at der ud  
5 over pumpen og ventilerne ikke kræves nogen særlige mekanisk bevægede  
elementer.

Ved et konkret eksempel skal den foreliggende fremgangsmådes virknings-  
måde illustreres, uden at det dog derved er hensigten, at dette på no-  
10 gen måde skal indskrænke anvendelsesområdet.

#### Eksempel

Det efterfølgende eksempel blev gennemført med et apparat ifølge fig. 1.  
15 Fraktioneringskolonnen 3 udviste ti runde filterflader med en diameter  
på 180 mm, der enkeltvis var forbundet tværstrøms på væskesiden. Nåle-  
filten udviste en tykkelse på 8 mm og en porevidde på 50  $\mu\text{m}$ . Pumpen  
ydede 200 l pr. time. Man blandede 1.600 g rå palmeolie med et smelte-  
punkt på 40°C med 2.800 g hexan, og blandingen cirkuleredes. Udløs-  
20 ningen af krystalliseringen skete ved +10°C, hvorpå apparatet kørtes op  
på 20°C. Efter fem minutter var opløsningen klar. Nu satte man tempe-  
raturen i løbet af 30 minutter lineært faldende til -15°C, hvorpå ud-  
tagning af den flydende fase skete (2.300 g). Efter tre gange vask  
ved -15°C fjernede man krystalfraktionen.

25 I tilslutning hertil tog man flydende fase og vaskeopløsningerne for  
den første fraktionering sammen og fordampede hexanen delvis. Resten  
bestod af 1.320 g reduceret palmeolie og 300 g hexan. I en anden kry-  
stallisering førte man i løbet af 30 minutter temperaturen fra -15°C  
30 til -24°C. Efter udtagning af 3.200 g flydende rest skete en enkel  
vaskning ved sluttemperaturen med 1.400 g hexan. Den flydende rest og  
vaskeopløsningen blev taget sammen. I tilslutning hertil fjernede man  
med hexan under opvarmning det i fraktionskolonnen resterende krystal-  
lisat.

35 Efter fraktioneringen og fordampningen af opløsningsmidlet blev følgen-  
de opløsningsmiddelfrie mængder målt:

|                       |       |                                       |
|-----------------------|-------|---------------------------------------|
| Første krystalliseret | 280 g | smeltepunkt $52^{\circ}\text{C}$      |
| Andet krystalliseret  | 590 g | smeltepunkt $28^{\circ}\text{C}$      |
| Flydende fase         | 730 g | smeltepunkt ca. $5^{\circ}\text{C}$ . |

5      P a t e n t k r a v .  
-----

1. Fremgangsmåde til adskillelse af stoffer ved hjælp af krystallisering, hvor der til udgangsstoffet sættes et opløsningsmiddel, opløsningen cirkuleres i et kredsløb, og der under stadig  
10      temperatursænkning dannes krystaller i opløsningen, k e n d e -  
t e g n e t ved, at krystallerne til stadighed udskilles af den ved pumpning cirkulerende opløsning.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at  
15      man som udgangsstof benytter en blanding af fedtsyrestere, især af glycerider.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at man som udgangsstof benytter palmeolie.

20      4. Fremgangsmåde ifølge et af kravene 1 til 3, k e n d e -  
t e g n e t ved, at der som opløsningsmiddel tilsættes et stof af alkanrækken.

25      5. Fremgangsmåde ifølge et af kravene 1 til 4, k e n d e -  
t e g n e t ved, at der som opløsningsmiddel tilsættes hexan.

6. Fremgangsmåde ifølge et af kravene 2 til 5, k e n d e -  
t e g n e t ved, at udgangsblandingen ved to eller flere fraktioneringer opdeles i fraktioner med forskellige smeltepunkter.

30      7. Fremgangsmåde ifølge krav 2 til 6, k e n d e t e g n e t ved, at der for den første fraktionering foretages en temperatursænkning til  $+10^{\circ}\text{C}$ , hvorefter man fortsætter i kort tid med plus  $20^{\circ}\text{C}$ , og så sænker temperaturen langsomt lineært til  $-15^{\circ}\text{C}$ .

35      8. Fremgangsmåde ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved, at der foretages en vask ved ca. minus  $15^{\circ}\text{C}$ .

9. Fremgangsmåde ifølge krav 2 til 8, k e n d e t e g n e t ved, at for den anden fraktionering sænkes temperaturen fra ca.

-15°C til -24°C.

10. Fremgangsmåde ifølge krav 9, k e n d e t e g n e t ved, at der foretages en vask med opløsningsmiddel ved ca. minus 24°C.

5

11. Apparat til udøvelse af fremgangsmåden ifølge et kravene 1 til 10 med i et kredsløb koblet samletank, cirkulationspumpe og køle/opvarmningsorgan, k e n d e t e g n e t ved, at der mellem køle- og opvarmningsorganet og samletanken er anbragt en fraktioneringskolonne.

10

12. Apparat ifølge krav 11, k e n d e t e g n e t ved, at fraktioneringskolonnen (3) foroven har en fordelerplade (B) og der under et antal over hinanden anbragte filterplader (C) af filtermateriale (N) på hulpladen (S), og at hullerne (L) af ved siden af hinanden anbragte filterflader er anbragt forskudt i forhold til hinanden.

15

13. Apparat ifølge krav 13, k e n d e t e g n e t ved, at filterfladerne (C) er anbragt vandret.

20

14. Apparat ifølge krav 13, k e n d e t e g n e t ved, at filterfladerne (C) er anbragt på rørformede afstandsholdere (D), der rager noget ud over fordelerpladen (B) og danner en forbindelse mellem fraktioneringskolonnens (3) over- og underdel.

25

15. Apparat ifølge et kravene 12 til 14, k e n d e t e g n e t ved, at hulpladen (S) fordelt over hele fladen har en mængde af med lille afstand fra hinanden anbragte små huller, og at filtermaterialet (N) over hele fladen har et mindre antal større huller (L).

30

16. Apparat ifølge krav 15, k e n d e t e g n e t ved, at der over filtermaterialet (N) er anbragt et trådgitter (I).

35

17. Apparat ifølge krav 12, k e n d e t e g n e t ved, at fraktioneringskolonnen (3) indeholder svagt hældende og i tværstrøms retning forbundne filterflader (C).

18. Apparat ifølge et af kravene 12 til 17, k e n d e t e g n e t ved, at filtermaterialet (N) består af en nålefilt, dannet

af plastfiltre, at nålefiltens porevidde ligger i området fra 10 til 100  $\mu\text{m}$ , og at plasten er polypropylen eller polyester.

5 19. Apparat ifølge et af kravene 12 til 18, k e n d e t e g -  
n e t ved, at der over fordelerpladen (B) er anbragt fordeler-  
ledninger (A).

10 20. Apparat ifølge krav 11, k e n d e t e g n e t ved, at frak-  
tioneringskolonnen (3) har filterflader, der er anbragt i form af  
mindst en parallelt forløbende arkimedisk skrue med lodret akse.

21. Indretning ifølge et af kravene 11 til 20, k e n d e t e g -  
n e t ved, at der er tilvejebragt en mellemtank.

15

20

25

30

35

Fig. 1

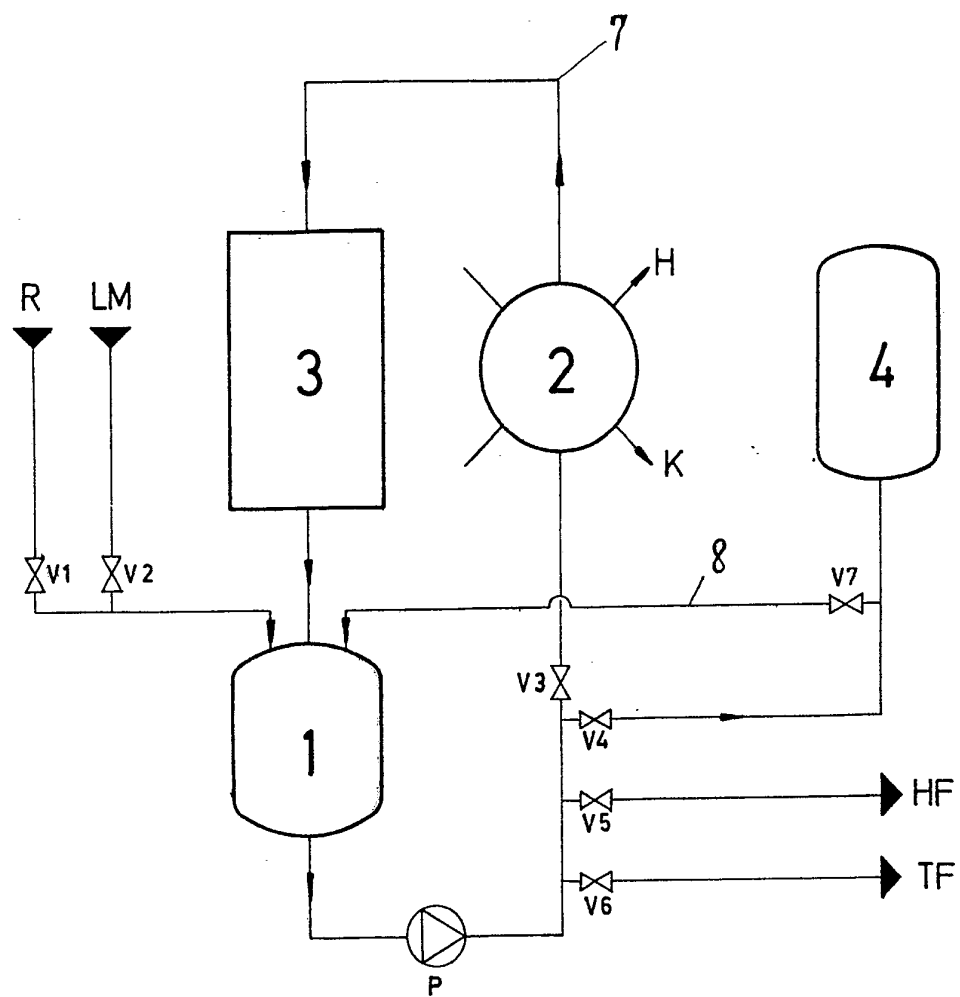
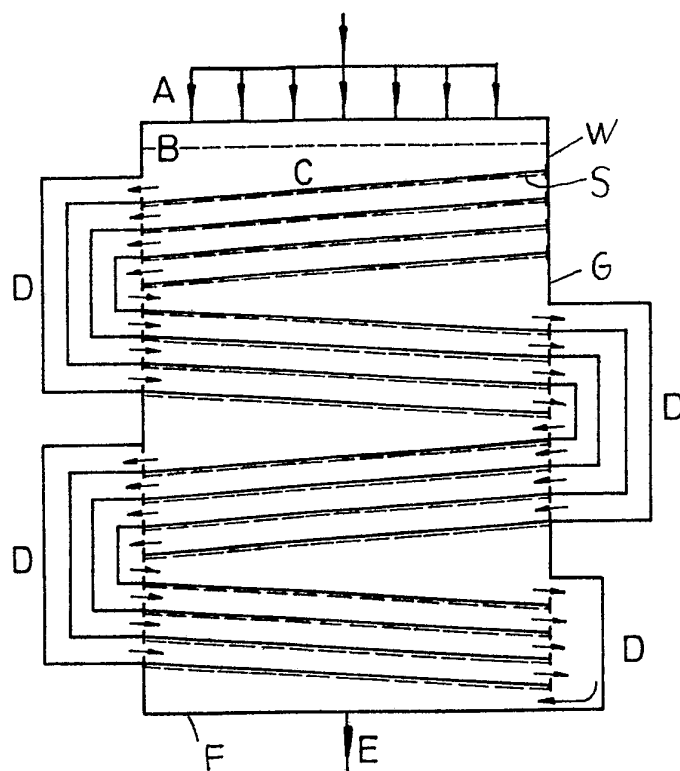


Fig. 4



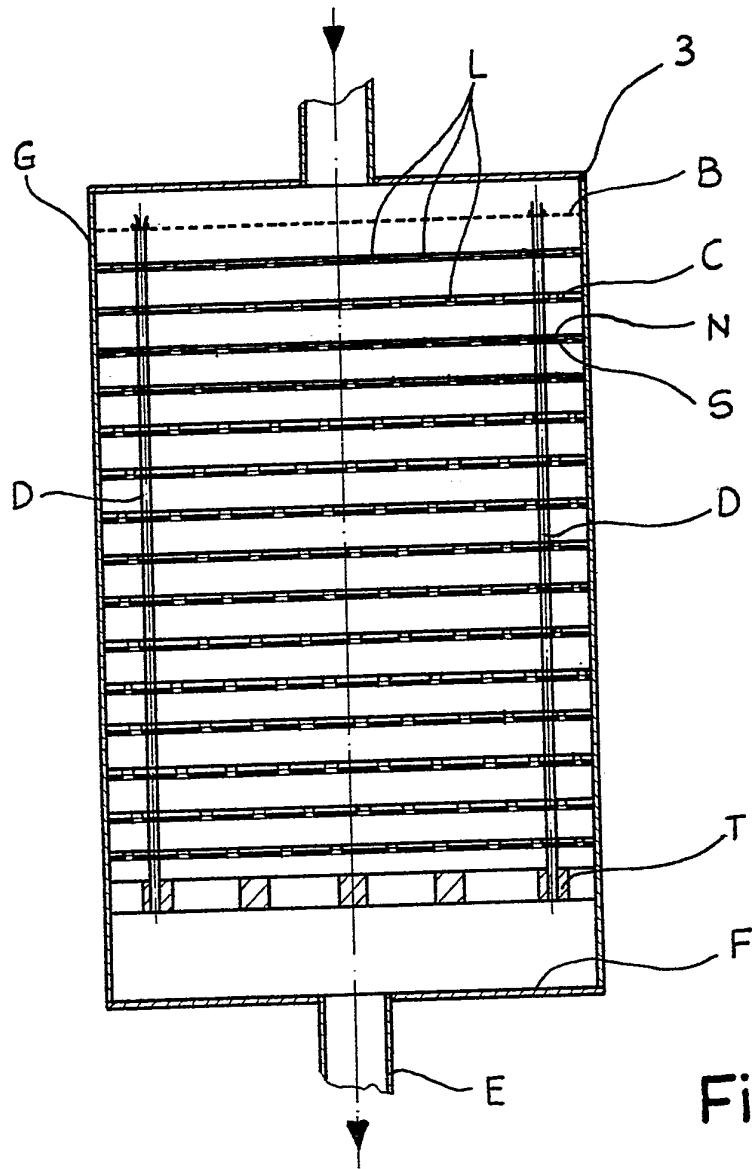


Fig. 2

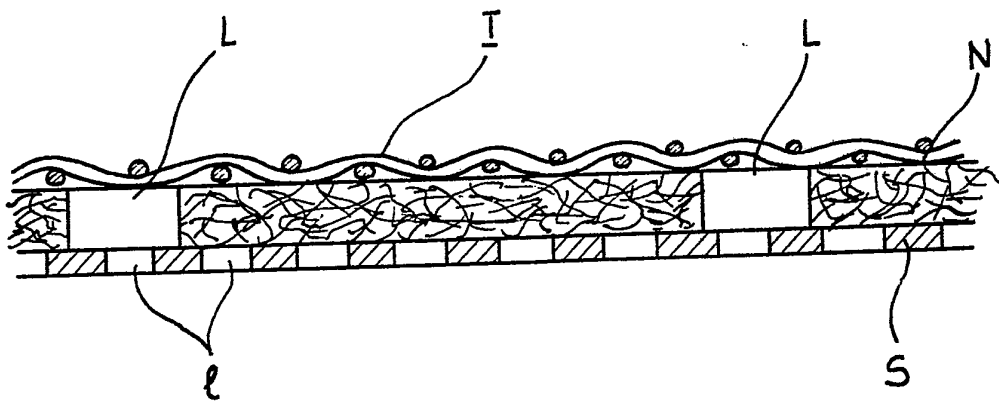


Fig. 3