



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 17 08 84
(21) PV 6250-84

(40) Zveřejněno 31 08 85
(45) Vydáno 15 07 87

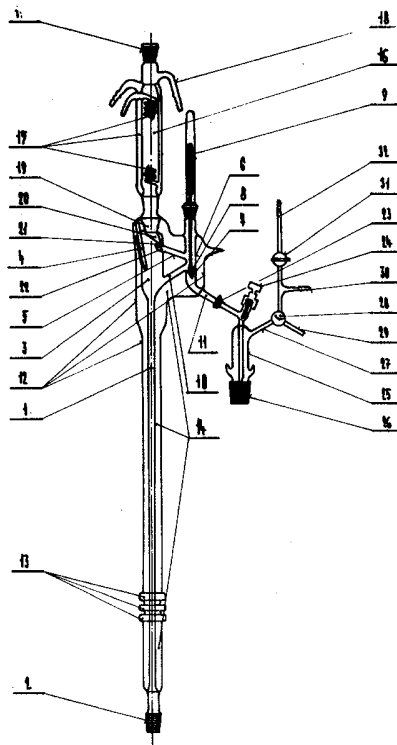
(51) Int. Cl.⁴
B 01 D 3/00

(75)
Autor vynálezu

FIALA BOŘIVOJ ing. CSc.; MARTINÁT ANTONÍN, VALAŠSKÉ MEZIRÍČÍ

(54) Destilační kolona

Vynález se týká destilační kolony s pevně zabudovanou destilační hlavou a s úplnou kondenzací destilátu v základním tělese kolony pro laboratorní, případně poloprovozní destilace za atmosférického i sníženého tlaku. Tato kolona je tvořena vlastní destilační kolonou, jejíž pata je opatřena vstupním zábrusem a její hlava zaslepenou teploměrnou trubicí, odvodem kondenzátu, napojeným do těla zařízení pro dělení refluxu, z něhož od zabroušeného kuželového sedla, do kterého zapadá kulička solonoidní ovládací kuželky, je sveden zpět do hlavy vlastní destilační kolony svod flegmatu a vyveden odtah destilátu. Přitom celá vlastní kolona, její hlava a tělo zařízení pro dělení refluxu včetně odvodu kondenzátu a svodu flegmatu, jsou chráněny a izolovány společným pláštěm, opatřeným ve spodní části kolony kompenzátorem. Všechny vnitřní stěny takto vytvořeného meziplášťového prostoru jsou postříbřeny a vlastní meziplášťový prostor je evakuován. Další částí této kolony je účinný chladič, jehož chlazený segment je zakončen nahoře horním zábrusem a horní vývodkou a ve spodní části kuželovitým zobcem, který je v ose kolony opatřen průduchem a dále šikmo dolů vybíhajícím výběžkem zaměřeným těsně nad hrdlo odvodu kondenzátu. Poslední hlavní částí destilační kolony podle vynálezu je odběrové zařízení, připojené k odtahu destilátu otočným kulovým zábrusovým spojem a sestavené z jehlového ventilu, alonže s výstupním zábrusem a přípojky, kterou je do horní části pláště alonže napojen přes trojcestný kohout jednak zavzdušňovací vývod, jednak evakuační vývod s bočním vývodem přes jednoduchý kohout.



Vynález se týká destilační kolony s pevně zabudovanou destilační hlavou a s úplnou kondenzací destilátu v základním tělese kolony pro laboratorní, případně poloprovodní destilace ze atmosférického i sníženého tlaku.

V laboratorní praxi se používá značný počet různých destilačních kolon, ještě více jich popisuje odborná technická literatura. Nejstarší typy měly velmi malou účinnost, protože postrádaly tepelnou izolaci a flegma v nich vznikalo jen ochlazováním a částečnou kondenzací destilujících par.

V současné době se používané laboratorní kolony dělí na tři hlavní skupiny. První skupinu tvoří destilační kolony se stékajícím filmem, nejčastěji náplňové, spirální nebo vpichované. Dále je to skupina patrových kolon, do které patří kolony provarové a kolony s děrovanými dny. Poslední generaci laboratorních destilačních kolon představují takzvané rotační kolony, což jsou taková destilační zařízení, jejichž některé části jsou otáčivé, nejčastěji se jedná o otáčivý pásek nebo spirálku. Bylo navrženo mnoho jejich konkrétních konstrukcí, nejznámější jsou rotační destilační kolony podle Willinghama, Irlina, Brunse, Sládečka, Büchiho a podobně. Jejich společným principem je, že se ve vlastní destilační trubici otáčí značnou rychlostí tenký kovový pásek nebo kovová, případně teflonová spirála se šířkou jen o málo menší než vnitřní průměr kolony. Destilující páry se tak uvádějí do intenzivního vířivého pohybu a významně se tak zdokonaluje styk mezi parami a flegmatem. Vlastnosti těchto kolon se podobají vlastnostem kolon sestavených z prázdné trubice s tím, že při velmi nízké zádrži a malém tlakovém spádu mají mnohem vyšší propustnost při stejné nebo vyšší účinnosti. To umožňuje používat tyto kolony k rozdestilování malých množství vzorku.

Nevýhodou těchto kolon jsou potíže s těsněním v místech, kde prochází hřídel, pohánějící rotující pásek, což se projevuje především při práci za sníženého tlaku. Nevýhodou jsou rovněž netěsnosti v místě připojení odběrového dělicího kohoutu a potíže s dodržováním žádaného refluxního poměru.

Uvedené nevýhody podstatnou měrou zmírňuje použití destilační kolony podle vynálezu. Podstata kolony spočívá v tom, že je tvořena vlastní destilační kolonou, jejíž pata je opatřena většinou zábrusem a její hlava zaslepenou teploměrnou trubicí, odvodem kondenzátu, napojeným do těla zařízení pro dělení refluxu, z něhož od zabroušeného kuželového sedla, do kterého zapadá kulička solenoidní ovládací kuželky, je sveden zpět do hlavy vlastní destilační kolony svod flegmatu a vyveden odtah destilátu.

Přítom celá vlastní kolona, její hlava a tělo zařízení pro dělení refluxu včetně odvodu kondenzátu a svodu flegmatu, jsou chráněny a izolovány společným pláštěm, opatřeným ve spodní části kolony kompenzátorem. Všechny vnitřní stěny takto vytvořeného meziplášťového prostoru jsou postříbřeny a vlastní meziplášťový prostor je evakuován.

Další částí této kolony je účinný chladič, jehož chlazený segment je zakončen nahoře horním zábrusem a horní vývodkou a ve spodní části kuželovitým zobcem, který je v ose kolony opatřen prouděním a dále šikmo dolů vybíhajícím výběžkem zaměřeným těsně nad hrdlo odvodu kondenzátu.

Poslední hlavní částí destilační kolony podle vynálezu je odběrové zařízení, připojené k odtahu destilátu otočným kulovým zábrusovým spojem a sestavené z jehlového ventilu, alonže s výstupním zábrusem a přípojky, kterou je do horní části pláště alonže napojen přes trojcestný kohout jednak zavzdušňovací vývod, jednak evakuační vývod s bočním vývodem přes jednoduchý kohout.

Destilační hlava podle vynálezu představuje nový zdokonalený typ rotační kolony s řadou předností proti dosud používaným kolonám. Vlivem dokonalé izolace a vyššího getrování pláště kolony je zajištěn stabilnější chod destilace za atmosférického i sníženého tlaku, adiabata kolony je vyšší, rovněž chlazení má vyšší účinnost. Použití kulových zábrusů odstraňuje pro-

blémy s netěsnostmi. Navržený systém odvodu kondenzátu z hlavy kolony a automatického time-rového rozdělování kondenzátu podle zvoleného refluxního poměru na flegma a destilát umožňuje jemnější a přesnější destilační dělení. Navržená kolona je snadněji vyrobitelná na specializovaných sklářských pracovištích s nižšími náklady proti většině dosud užívaných rotačních destilačních kolon.

Příklad praktického provedení destilační kolony podle vynálezu předkládá přiložený výkres.

V konkrétním provedení bylo jako základního konstrukčního materiálu použito technického skla Simax. Vlastní destilační kolonu 1 tvoří trubice o průměru 10 mm a délky 600 mm, která je ve spodní části rozšířena a opatřena vstupním zábrusem 2 pro napojení destilační baňky, s výhodou je možno použít zábrusu kulového, na horní část navazuje její hlava 3, rozšířená na základní průměr 30 mm a opatřená zaslepenou teploměrnou trubicí 4.

Pro měření teplot bodu varu bylo použito odporových teploměrů s automatickou registrací teplot, je však možno rovněž použít termočlánků nebo klasických teploměrů. Z hlavy 3 je vyveden odvod 5 kondenzátu do těla 6 zařízení pro dělení refluxu, ovládaného programově magnetickým timerem, z něhož od zabroušeného kuželového sedla 7, do kterého zapadá kulička 8 solenoidní ovládací kuželky 9, je sveden zpět do hlavy 3 vlastní destilační kolony 1 svod 10 flegmatu a vyveden odtah 11 destilátu. Kuželové sedlo 7 je ve spodní části opatřeno průduchem a trnem pro nastavení refluxního poměru a řízení množství odtahovaného destilátu. Odvod 5 kondenzátu, svod 10 flegmatu a odtah 11 destilátu je konstruován ze skleněných trubiček základního průměru 8 mm. Celá vlastní destilační kolona 1 je chráněna a izolována pláštěm 12 o průměru 30 mm, který je v dolní části opatřen trojitým prstencovým kompenzátorem 13.

V horní části je plášť 12 rozšířen, chrání a izoluje celou hlavu 3, tělo 6 zařízení pro dělení refluxu včetně odvodu 5 kondenzátu a svodu 10 flegmatu. Vnitřní stěny takto vytvořeného meziplášťového prostoru 14, tj. vnitřní stěny pláště 12 a vnější stěny chráněných a izolovaných částí kolony, jsou postříbřeny a v meziplášťovém prostoru 14 bylo getrováním dosaženo tlaku řádově $1 \cdot 10^{-3}$ Pa.

Další částí navazující na hlavu 3 vlastní destilační kolony 1 je účinný chladič 15. Bylo použito spirálového chladiče o délce 360 mm, s průměrem vnějším 40 mm, s průměrem chlazeného segmentu 16 28 mm, s průměrem spirálového tělesa 26 mm a s průměrem skleněné trubky, ze které bylo spirálové těleso stočeno, o velikosti 6 mm. Chlazený segment 16 je nahoře ukončen horním zábrusem 17 a horní vývodkou 18. Horní zábrus 17 slouží k vytvoření dalších sestav pomocí přídavných prvků. V daném případě k připojení rotujícího pásku s hřídélí a navazující elektromechanickou částí. Může být dále použit k nasazení dalšího chladiče, dávkovače přídavného refluxu či chemikálií a podobně. Ve spodní části je chlazený segment 16 zakončen kuželovitým zobcem 19 s průduchem 20 ve vertikální ose kolony a výběžkem 21, který směřuje šikmo dolů nad hrdlo 22 odvodu 5 kondenzátu.

Takto uzpůsobený kuželovitý zobec 19 pracuje jako sběrač kondenzátu, vznikajícího v chlazeném segmentu 16 a převádí jej kvantitativně odvodem 5 kondenzátu do těla 6 zařízení pro dělení refluxu, které spolehlivě kondenzát dělí v žádaném poměru, volitelně plynule v oblasti 1:1 až 1:100, na odtahovaný destilát a flegma, vracející se zpět do hlavy 3 vlastní destilační kolony 1. Na odtah 11 destilátu je dále přes kulový zábrusový spoj 23 napojeno odběrové zařízení, které sestává z jehlového ventilu 24, umožňujícího výměnu předlohy bez jakéhokoliv narušení režimu chodu destilační kolony, z alonže 25 s výstupním zábrusem 26 pro nasazení výměnné předlohy k jímání jednotlivých frakcí destilátu a z přípojky 27, kterou je do horní části pláště alonže 25 napojen přes trojcestný kohout 28 jednak zavzdušňovací vývod 29, jednak evakuační vývod 30 a přes kohout 31 rovněž boční vývodka 32. Při práci kolony za sníženého tlaku je evakuační vývod 30 napojen na zdroj podtlaku a boční vývodka 32 je propojena s horní vývodkou 18. Navržená destilační kolona byla s úspěchem použita pro destilaci směsí organických látek s destilačním rozmezím 38 až 350 °C.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Destilační kolona s pevně s pevně zabudovanou destilační hlavou a s úplnou kondenzací destilátu v základním tělese kolony pro laboratorní, případně poloprovozní destilace za atmosférického i sníženého tlaku, vyznačující se tím, že je tvořena vlastní destilační kolonou (1), jejíž pata je opatřena vstupním zábrusem (2) a její hlava (3) zaslepenou teploměrnou trubicí (4), odvodem (5) kondenzátu, napojeným do těla (6) zařízení pro dělení refluxu, z něhož od zabroušeného kuželového sedla (7), do kterého zapadá kulička (8) solenoidní ovládací kuželky (9), je sveden zpět do hlavy (3) vstupní destilační kolony (1) svod (10) flegmatu a vyveden odtah (11) destilátu s tím, že celá vlastní destilační kolona (1), její hlava (3) a tělo (6) zařízení pro dělení refluxu včetně odvodu (5) kondenzátu a svodu (10) flegmatu jsou chráněny a izolovány pláštěm (12), opatřeným ve spodní části kolony kompenzátozem (13), přičemž všechny stěny takto vytvořeného meziplášťového prostoru (14) jsou postříbřeny a vlastní meziplášťový prostor (14) evakuován, dále je tvořena účinným chladičem (15), jehož chlazený segment (16) je zakončen nahoře horním zábrusem (17) s horní vývodkou (18) a ve spodní části kuželovitým zobcem (19) s průduchem (20) ve vertikální ose kolony a výběžkem (21), umístěným těsně nad hrdlem (22) odvodu (5) kondenzátu, a konečně je tvořena odběrovým zařízením, připojeným k odtahu (11) destilátu kulovým zábrusovým spojem (23) a sestaveným z jehlového ventilu (24), alonže (25) s výstupním zábrusem (26) a z přípojky (27), kterou je do horní části pláště alonže (25) napojen přes trojcestný kohout (28) jednak zavzdušňovací vývod (29), jednak evakuační vývod (30) a přes kohout (31) rovněž boční vývodka (32).

1 výkres

243160

