

Warszawa, 30 października 1933 r.

URZĄD PATENTOWY



B01d 45/42

11/04

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18611.

Kl. 12^c, 11/04
B01d 11/04

Naamlouze Vennootschap de Bataafsche Petroleum Maatschappij
(Haga, Niderlandy).

Sposób otrzymywania składników lub grup składników z mieszanin cieczy.

Zgłoszono 28 września 1931 r.

Udzielono 13 czerwca 1933 r.

Pierwszeństwo: 18 listopada 1930 r. (Niderlandy).

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania w stanie czystym związków lub grup związków z mieszaniny cieczy.

Znane jest usuwanie z cieczy pewnych składników zapomocą ekstrakcji w przeciwnym kierunku cieklami środkami ekstrakcyjnymi. Stosuje się do tego celu tylko substancje nierozpuszczalne lub trudno rozpuszczalne w produkcie pierwotnym, przeznaczonym do rozdzielania oraz wykazujące jednocześnie dużą zdolność rozpuszczania składnika lub składników przeznaczonych do ekstrakcji.

W praktyce ten pozornie prosty zabieg, jeśli idzie o dobrą wydajność dostatecznie czystych składników, nastęrcza pewne

trudności, których można uniknąć zgodnie z wynalazkiem.

Z jednej strony stosowana ciecz pomocnicza, t. j. środek ekstrakcyjny, powinien wykazywać odpowiednią zdolność rozpuszczania składnika, względnie składników przeznaczonych do ekstrakcji, ponieważ wtedy, dzięki wysokiemu stężeniu ekstraktu (czyli substancji wyciąganej) w cieczy pomocniczej, ilości środka ekstrakcyjnego oraz ekstraktu, jakie trzeba oddzielać, są mniejsze. Z drugiej strony potrzebny jest rozpuszczalnik możliwie selektywny, t. j. taki, któryby rozpuszczał tylko określony składnik w stanie czystym.

Ponieważ jednak składniki wykazują

często właściwości zgodne z właściwościami innych ciał, jak to ma miejsce, np., w szeregach homologicznych węglowodorów albo kwasów tłuszczowych, więc trudno jest znaleźć rozpuszczalnik, któryby z mieszaniny usuwał tylko jeden z tych składników. Skutkiem tego okazało się w praktyce konieczne stosowanie rozpuszczalników pozbawionych dostatecznej selektywności.

Podczas rozdzielania mieszaniny cieklej przy pomocy takiego rozpuszczalnika, można wyciągnąć tylko jeden ze składników w stanie czystym zapomocą wypłókiwania w przeciwnym kierunku zgodnie ze znaną metodą.

Przypuśćmy, że zastosowano rozpuszczalnik X . Z mieszaniny dwu substancji A i B tylko ta daje się otrzymać w stanie czystym, która jest mniej rozpuszczalna w substancji X . Istotnie, stosując odpowiednią ilość X , składnik B można wypłókać całkowicie z mieszaniny $A+B$. Wydajność takiego procesu będzie tem mniejsza, im większa będzie rozpuszczalność A w X .

Znane jest wypłókiwanie olejów w przeciwnym kierunku oraz oziębianie zarówno cieczy poddawanej płókanii, jak i otrzymanego roztworu ekstraktu do możliwie niskiej temperatury oraz ponowne użycie produktów, rozdzielonych podczas chłodzenia, do procesu wypłókiwania.

Obecnie wykryto, że w tym przypadku procesowi ekstrakcji można nadać większą intensywność oraz można otrzymywać produkty czyste, przepływający zaś roztwór ekstraktu w czynniku ekstrakcyjnym można uwalniać od składnika, również w nim rozpuszczonego, w kolumnie mniejszej oraz mniejszą ilością cieczy płócnej, jeśli przedsięwziąć środki, by ilość spływu w ciągu całego procesu płókania była dobrana możliwie korzystnie i pozostawała bez zmiany, to jest żeby spływ był stały w ciągu całego procesu wypłókiwania z wyjątkiem przerwy przy wlocie mieszaniny, przeznaczonej do rozdzielania. Osiąga się

to, poddając wyżej wspomniany roztwór ekstraktu w czynniku ekstrakcyjnym na całej lub na części przestrzeni (drogi) wypłókiwania możliwie stopniowemu spadkowi temperatury.

Aby wyjaśnić zasadę cząstkowego rozdzielania, najlepiej zastosować porównanie z tem, co się dzieje w kolumnie destylacyjnej.

Podobnie, jak mieszanina cieczy i pary, wchodząca do kolumny destylacyjnej, zostaje mniej lub bardziej dokładnie rozdzielona zapomocą regulowania ilości spływu, przyczem rozdzielanie jest tem dokładniejsze im stałsza jest ilość spływu w aktywnej części kolumny, tak samo intensywność procesu ekstrakcji zależy od cząsteczkowej ilości spływu, przyczem spływ ten dobiera się możliwie stały, stosując odpowiednie stopniowanie temperatury.

Stopniowanie temperatury zapobiega więc mieszanii się dwóch faz w jakiegokolwiek części kolumny, co by zakłócało ekstrakcję.

Podobnie, jak podczas frakcjonowania składnik czysty otrzymuje się tylko wtedy, gdy wytworzony spływ składa się tylko z tego produktu, tak samo przy pomocy cieczy ekstrakcyjnej składnik czysty można otrzymać tylko wtedy, gdy w ciągu ostatecznego chłodzenia wydziela się tylko składnik czysty z czynnika ekstrakcyjnego. A więc ciecz, która ma zacząć przepływać w przeciwnym kierunku do cieczy wypłókującej, odpowiada spływowi podczas destylacji.

Sposób według wynalazku wyjaśnia rysunek, przedstawiający schematycznie pionową kolumnę ekstrakcyjną.

Ciekła mieszanina złożona z dwóch składników, przeznaczonych do rozdzielania, wchodzi do kolumny w punkcie O , który może się znajdować na różnych poziomach. W punkcie tym spotyka ona krople cieczy ekstrakcyjnej, spadające z podziurawionej rury, zraszalnika lub podobnego

urządzenia. Ilość tej cieczy tak jest uregulowana, żeby płyn opuszczający kolumnę u góry zawierał tylko składnik A.

Zgodnie ze znanym procesem, ciecz ekstrakcyjna opuściłaby kolumnę poniżej punktu O i składałaby się zarówno z A, jak i B, lecz z przewagą tego ostatniego składnika.

W procesie niniejszym temperaturę obniża się zapomocą stopniowego chłodzenia, np. przy pomocy płaszców chłodzących 1, 2 i 3 tak, iż zmieszanie się zwrotnem nie może nastąpić w żadnym miejscu, a spływ jest stały w obu częściach drogi płókania, jednocześnie zaś, dostosowując szybkości wypłókiwania, poziomy i t. d., dba się o to, by ciecz ekstrakcyjna na dnie kolumny zatrzymywała tylko składnik B w roztworze oraz żeby dostateczna ilość tego składnika, oddzielona od środka ekstrakcyjnego, zaczynała przepływać w przeciwnym kierunku względem cieczy pomocniczej. Niewielka ilość cieczy A, znajdująca się jeszcze ponad tym ostatnim punktem, zostaje odpędzona i wypłókana jednocześnie z jeszcze mniejszą ilością cieczy B. Dzięki swemu zmniejszonemu ciężarowi właściwemu ciecz wznosi się i napotyka zawierającą więcej B niż A ciecz pomocniczą, która, dzięki swej selektywnej rozpuszczalności, zdolna jest do rozpuszczania więcej B niż A.

Taki proces, całkowicie dający się regulować stopniowaniem temperatury oraz długością drogi rozdzielania, jest tak prowadzony, iż ciecz, odpędzona przez ciecz ekstrakcyjną podczas procesu rozdzielania, wykazuje na tym samym poziomie, na którym wchodzi produkt początkowy do kolumny, ten sam skład, co i produkt początkowy.

Spadek temperatury niekoniecznie musi się przerywać przy wlocie, ponieważ rozumie się samo przez się, że działanie stopniowania temperatury można stosować również w większej części kolumny. A za-

tem górna część kolumny może być ogrzewana, do czego służą płaszcze grzejne 4 i 5. Ogrzewanie może być elektryczne, jak to wskazano liczbą 4. Czynniki ekstrakcyjne mogą być dostarczane w stanie nagrzanym.

Skutkiem tego ilości cieczy, zawarte stale w dużej części kolumny w stanie rozproszenia, stają się nieprzezroczyste, a często barwy mlecznej. Ten stan, oczywiście szkodliwy dla procesu może w pewnych przypadkach powodować duże trudności.

Rozumie się, że dobry bieg kolumny zależy od wznoszenia się cieczy na poziom nieco wyższy. Temu wznoszeniu się, spowodowanemu różnicą ciężarów właściwych, może częściowo przeszkadzać powstawanie emulsyj, działające szkodliwie na właściwy bieg kolumny. Jednakże zapomocą dodawania substancji, zmieniających napięcie powierzchniowe między cieczami, można uniknąć tego szkodliwego zjawiska ubocznego.

Sposób według wynalazku nie ogranicza się do stosowania cieczy ekstrakcyjnych cięższych od mieszaniny przeznaczonej do rozszczepienia. To samo dotyczy stosowania cieczy lżejszych od mieszaniny rozszczepianej.

Rozumie się samo przez się, że proces opisany powyżej, można powtarzać kilkakrotnie zarówno z ekstraktem, otrzymanym po pierwszym wypłókaniu, jak i z produktem oczyszczonym. Proces wypłókiwania jest wtedy podobny do powtarzanego frakcjonowania, stosowanego w przemyśle destylacyjnym. Proces taki zaleca się specjalnie w przypadku, gdy produkt pierwotny składa się z różnych szeregów produktów, których członów mają właściwości nie różniące się znacznie między sobą. Pierwszy czynnik ekstrakcyjny można wtedy użyć, np., do rozdzielania grup homologów, zaś następnym bardziej selektywnie działającym, a często znacznie

droższym czynnikiem ekstrakcyjnym prowadzi się proces dalej już z mniejszą ilością produktu wyjściowego, co pozwala na korzystne użycie mniejszych ilości drugiej cieczy pomocniczej.

Prócz tego powtórzenie ekstrakcji z tą samą cieczą pomocniczą, lecz w innej temperaturze często daje również dobre wyniki.

Można to wyjaśnić przy pomocy następującego przykładu:

Do kolumny o wysokości 10 m wprowadza się na decymetr kwadratowy przekroju na godzinę: na dno 20 l alkoholu 96%, nieco poniżej środka — 6 l destylatu oleju smarnego, a u góry — 6 l oleju otrzymanego z roztworu, uchodzącego, jak to powiedziano poniżej, u wierzchołka kolumny.

Z dna odciągano około 4 l destylatu (wraz z niewielką ilością alkoholu jeszcze w nim rozpuszczoną) u wierzchołka zaś 8 l ekstraktu, rozpuszczonego w pozostałym (około 20 l) alkoholu.

6 litrów tego ekstraktu wprowadzano zpowrotem do kolumny od góry, aby otrzymać potrzebny spływ. Można to uskutecznić albo zapomocą intensywnego oziębiania w chłodnicy na wierzchołku kolumny albo też, stężając roztwór nazewną aparatu. Ekstrakt zawiera wtedy tylko niewielką ilość węglowodorów nie dających się sulfonować. Temperatura u góry wynosi 120°C, a na dnie 150°, zaś

przy wlocie oleju około 140°C. Oczywiście zastosowano ciśnienie, aby utrzymać czynnik ekstrakcyjny w stanie ciekłym.

Rozumie się, że sposób według wynalazku można stosować do wszelkiego rodzaju ekstrakcji.

A więc, np., z cieczy można wyciągać fenole przy pomocy alkoholu, można oczyszczać oleje izolacyjne od niepożądanych domieszek przy pomocy alkoholu izo-propylowego oraz rafinować destylaty naftowe przy pomocy ciekłego dwutlenku siarki.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania w stanie czystym składników albo grup składników z mieszaniny cieczy zapomocą obróbki środkiem ekstrakcyjnym w przeciwnym kierunku, przy jednoczesnym usuwaniu przepływającego roztworu składnika lub składników w nim rozpuszczonych, znamienny tem, że wymieniony roztwór na całej lub części drogi przebywanej przezeń podczas wypłókiwania poddaje się możliwie stopniowemu spadkowi temperatury.

Naamlöoze Vennootschap
de Bataafsche Petroleum
Maatschappij.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

