



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

222738
(11) (B1)

[51] Int. Cl.³
C 30 B 13/00

(22) Přihlášeno 08 04 81
(21) (PV 2641-81)

(40) Zveřejněno 30 11 82

(45) Vydáno 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

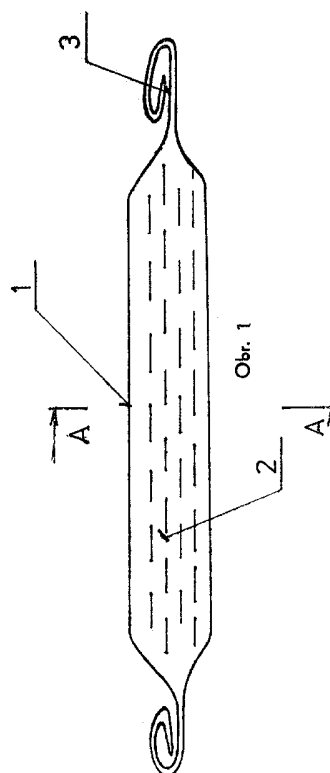
MLÍKA VÁCLAV, PRAHA

(54) Rafinační trubice pro zonální rafinaci organických látek

1

Rafinační trubice pro zonální rafinaci organických látek s teplotou tání pod 400 °C je tvořena průhlednou nebo průsvitnou fólií ve tvaru rukávu s podélným švem, případně beze švu, s například oválným tvarem příčného průřezu, který je uzavřen příčným nebo podélným přeložením konců rukávu. Při použití trubice podle vynálezu je potlačen vliv proudění taveniny, jsou minimální tepelné ztráty a je zajištěn dobrý převod tepla do vsázky. Vyčištěná vsázka je ve tvaru celistvého ingotu, ze kterého stačí odříznout nebo odlomit pouze konce, do kterých byly během rafinace staženy nečistoty původní vsázky.

2



Vynález se týká speciální rafinační trubice pro zonální rafinaci organických látek s teplotou tání pod 400 °C.

Princip zonální rafinace je založen na opakované krystalizaci látky z její taveniny. V praxi je toho docilováno tak, že uzavřená trubice s látkou projíždí určitou rychlostí nejprve topným článkem, který vsázku postupně roztavuje, a potom chladicím článkem umístěným v jeho sousedství, v jehož prostoru vsázka opět postupně krystalizuje.

Jedním projetím celé délky trubice je vsázka rafinována jednou zónou. Určíme-li počet zón, kterými má být vsázka vyčištěna, potom tomuto počtu musí odpovídat počet projetí celé trubice. Tento způsob byl značně neekonomický a byl nahrazen způsobem, při kterém je rafinační pec sestavena z topných a chladicích článků v takovém počtu, který odpovídá zvolenému počtu zón. Pak postačuje jedno projetí trubice, aby byla vsázka rafinována odpovídajícím způsobem. Po dodržení základního principu je při tomto uspořádání nutné zvolit mezi dvěma sousedícími články takovou vzdálenost, aby chladicí článek, umístěný mezi nimi, byl schopen ochladit taveninu natolik, aby vykrystalizovala. Protože počet topných elementů a vzdálenost mezi nimi udávají celkovou délku rafinačního zařízení a tím i čas potřebný k projetí trubice, je snaha konstruovat topné elementy a chladicí články tak, aby celková délka zařízení byla co nejkratší. Tento požadavek předpokládá umístění topných a chladicích článků v těsné blízkosti, to znamená vytvořit a udržet roztavenou zónu maximálně v šíři topného elementu, nebo zkonstruovat dostatečně výkonný chladicí článek. Šířku roztavené zóny, případně efektivnost chladicího článku, podstatnou měrou ovlivňuje celá řada různých faktorů, jako je proudění v tavenině, tepelná vodivost zkrystalizované látky, a zejména tepelná vodivost, setrvačnost, rozměr a tvar trubice, ve které je látka umístěna.

Rafinační trubice používané v dosavadních způsobech zonální rafinace jsou skleněné nebo křemenné, kruhového průřezu, uzavřené na obou koncích, čímž je vytvořen definovaný prostor, případně udržují definovanou atmosféru pro vsázku určenou k zonální rafinaci. Skleněné nebo křemenné trubice jsou voleny z důvodů vizuální kontroly, která je nutná pro teplotní korekce během děje. Podstatnou nevýhodou je skutečnost, že tepelná vodivost, setrvačnost a kruhový průřez trubice spolu s prouděním v tavenině, způsobují nežádoucí prodloužení roztavené zóny.

Působnost těchto negativních faktorů se znásobuje při zvyšování průměru trubice za účelem zvětšení vsázky, přitom však například dvojnásobným zvětšením průměru trubice nelze dosáhnout dvojnásobné výtěžnosti, protože při roztažení zón je nutné

prodloužit délku rafinační pece, čímž se prodlužuje doba potřebná k projetí rafinační trubice pecí.

Další nevýhodou skleněných nebo křemenných rafinačních trubice je jejich praskání, způsobené objemovými změnami, ke kterým při procesu zonální rafinace dochází. V neposlední řadě je nevýhodou také obtížné vyjímání rafinované látky z trubice po skončení celého procesu, které se obvykle provádí pracovním oddělováním od skla. Při této operaci dochází k opětovnému znečištění již vyčištěné látky úlomky skla a skelným prachem, případně také drtí z té části vsázky, do které během rafinace byly staženy nečistoty.

Uvedené nedostatky odstraňuje rafinační trubice pro zonální rafinaci organických látek s teplotou tání pod 400 °C podle vynálezu, jehož podstatou je trubice tvořena průhlednou nebo průsvitnou organickou fólií, například polyethylentereftalátovou nebo polykarbonátovou s relativní molekulovou hmotností v rozmezí od 10 000 do 50 000, o síle stěny od 0,002 mm do 2 mm, má tvar rukávu s podélným švem, případně beze švu, s kruhovým, čtvercovým, obdélníkovým, oválným nebo elipsovitým tvarem příčného průřezu a je uzavřena příčným nebo podélným přeložením konců rukávu, nebo jejich svařením, slepením, případně stažením pomocí vnějšího rámu.

Výhodou rafinační trubice podle vynálezu je možnost využití tvaru, ve kterém je potlačen vliv proudění taveniny, a který usnadňuje vytvoření stejných podmínek tepelných v celém průřezu rafinační trubice. Dále jsou to minimální tepelné ztráty a tepelná setrvačnost materiálu a dobrý převod tepla do vsázky. V neposlední řadě je to také snadné vyjmutí vyčištěné vsázky z rafinační trubice. Vyčištěná vsázka se získá ve formě celistvého ingotu, od kterého stačí odříznout nebo odlomit pouze konec, do kterého byly během zonální rafinace staženy nečistoty.

Na obr. 1 a 2 je znázorněn nárys a půdorys rafinační trubice 1 tvořené průhlednou nebo průsvitnou organickou fólií o tloušťce v intervalu od 0,002 mm do 2 mm. Rafinační trubice 1 má tvar rukávu s oválným příčným průřezem, jak znázorňuje řez A — A na obr. 2. Vsázku 2 rafinační trubice 1 tvoří organická látka, například antracen, stilben nebo naftalen, která je v trubici 1 uzavřena pomocí uzávěrů 3, které vznikly přeložením konců fólie tvořící rafinační trubici 1.

Na obr. 3 a 4 je schematicky znázorněn nárys a půdorys zařízení, na němž byla ověřena zonální rafinace naftalenu s rafinační trubicí 1 podle vynálezu. Zařízení je tvořeno dvěma rošty 4, na nichž jsou střídavě upevněny topné elementy 5 a chladicí články 6. Během procesu rafinace prochází rafinační trubice 1 mezi rošty 4, přičemž do-

cháží k zonální rafinaci opakovaným tavením a následnou krystalizací.

Na uvedeném zařízení byl získán naftalen luminiscenční čistoty, přičemž použití rafinační trubice 1 podle vynálezu, umožnilo zpracovat zonální rafinaci vsázky 2 o hmotnosti 1,2 kg naftalenu. Při použití klasické

skleněné rafinační trubice s optimálním průměrem 30 mm, lze ve stejném čase zpracovat pouze vsázku o hmotnosti 0,25 kg.

Použití rafinační trubice 1 podle vynálezu se s výhodou nabízí také pro zonální rafinaci anorganických látek, jako je například dusičnan thalný.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Rafinační trubice pro zonální rafinaci organických látek s teplotou tání pod 400 °C, vyznačující se tím, že trubice (1) je tvořena průhlednou nebo průsvitnou organickou fólií, například polyethyltereftalátovou nebo polykarbonátovou s relativní molekulovou hmotností v rozmezí od 10 000 do 50 000, o síle stěny od 0,002 mm do 2 mm,

má tvar rukávu s podélným švem, případně beze švu, s kruhovým, čtvercovým, obdélníkovým, oválným nebo elipsovitým tvarem příčného průřezu a je uzavřena příčným nebo podélným přeložením konců rukávu (3), nebo jejich svařením, slepením, případně stažením pomocí vnějšího rámu.

2 listy výkresů

