



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

204 444

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 22 12 78

(21) PV 8810-78

(51) Int. Cl. B 01 D 1/22³

(40) Zverejnené 31 07 80

(45) Vydané 01 06 83

(75)

Autor vynálezu

CVENGROŠ JÁN ing. CSc.

TKÁČ ALEXANDER prof. DrSc., BRATISLAVA

(54)

Laboratórna molekulová odparka

1

Vynález sa týka laboratórnej molekulovej odparky so stieraným kvapalinovým filmom s konvexnou odparnou plochou, vytvorenou na vonkajšom povrchu odparného telesa.

Doteraz známe laboratórne molekulové odparky so stieraným filmom majú konkávnou odparnú plochu, vytvorenú na vnútornej strane valca, s čím je pri malom priemere odparného telesa spojené výrazne kratšia stredná voľná dráha molekúl odparovanej látky. Stierače pre tieto odparky majú vysokú obvodovú rýchlosť, čo vedie k ťažkostiam s vákuovým tesnením hriadeľa. Podľa NSR patentu č. 1 448 166 je známa odparka s konvexnou odparnou plochou so stieračom v tvare súvislej skrutkovice, vyrobenej zo skla a tesne zabrusenej k odparnej ploche. Zmysel otáčania pravotočivej skrutkovice je napravo a ľavotočivej naľavo, t.j. vždy taký, aby stierač svojím účinkom napomáhal odchodu kvapalinového filmu z odparnej plochy. Za týchto podmienok čas zotrvania kvapaliny na odparnej ploche je príliš krátky, čo je nevýhodné z hľadiska prestupu tepla a je spojené so sníženým odparným výkonom. Tento pokles je síce možné kompenzovať zvýšením teplotného gradientu medzi ohrevným médiom a filmom spracovávanej kvapaliny, toto však prináša zvýšené riziko lokálneho búrlivého vývoja pár a tepelného rozkladu termolabilných látok. Navyše pri stieraní v smere toku filmu je relatívny pohyb sústavy stierač - kvapalinový film malý, kvapalina vo filme je nedostatočne premiešavaná, čo spôsobuje jednak prehrievanie spodných vrstiev filmu a zvýšený tepelný rozklad, jednak koncentračné gradienty vo filme sa nevyrovnávajú

204 444

dostatočne rýchlo a klesá účinnosť delenia. Stieranie proti toku filmu, zaistujúce intenzívne premiešavanie destilovanej kvapaliny na odparnej ploche, sa pri tomto type presne zabruseného stierača nedá realizovať. Podľa čs. patentových spisov č. 114 714 a 181 054 je známy stierač vo forme prerušovanej kovovej skrutkovice, alebo vo forme segmentov skrutkovice uložených v teflonových trubkách, so zmyslom otáčania spravidla proti smeru prirodzeného toku filmu, ktorý výborne zaistuje stieranie filmu pri zachovaní optimálneho času zotrvania kvapaliny na odparnej ploche, jeho miniaturizácia pre malú laboratórnu odparku však naráža na konštrukčné i prevádzkové problémy. Spracovávaná kvapalina pred vlastnou molekulovou destiláciou musí byť zbavená stop vlhkosti, prchavých organických rozpúšťadiel a absorbovaných plynov, prítomnosť ktorých spôsobuje prestrekovanie a peneenie, zhoršuje vákuum a tak znemožňuje šetrnú krátkocestnú destiláciu. Odplynenie sa spravidla vykonáva v samostatných zariadeniach, alebo sa spracovávaná látka podrobí predbežnému prechodu cez odparku, čím sa proces komplikuje a predlžuje sa doba expozície termolabilnej látky účinku zvýšených teplot.

Uvedené nedostatky sa odstránia v laboratórnej molekulovej odparke podľa vynálezu, ktorej podstatou je, že pozostáva z odparného telesa, ktoré je zasunuté do nosného kotúča a je súoso obklopené kondenzátorom, pričom vákuové tesnenia sú vytvorené medzi nosným kotúčom a odparným telesom prostredníctvom horného zábrusu a medzi nosným kotúčom a kondenzátorom prostredníctvom dolného zábrusu, a zo stierača, tvoreného stieracími segmentami a nosnými tyčami. Nosné tyče stierača sú pevne spojené s hnaným kolesom ozubeného prevodu, uloženého v nosnom kotúči. Stierací segment je pritom vzhľadom k odparnému telesu orientovaný tak, že po stotožnení osi odparného telesa s osou z pravotočivého súradnicového systému rez roviny stieracieho segmentu rovinou yz a rovnako rez roviny stieracieho segmentu rovinou xz zvierá s rovinou xy ostrý uhol 10 až 45°. Podľa vynálezu je súčasne možné pomocou oddeľovacieho prstenca, tesne uloženého v priestore medzi odparným telesom a kondenzátorom, spojeného s nosnými tyčami stierača a opatreného na strane kontaktu s odparným telesom drážkami, vytvoriť dva oddelené priestory v odparke a tak súčasne vykonávať odplynenie i molekulovú destiláciu spracovávanej látky v jedinom zariadení.

Laboratórna molekulová odparka podľa vynálezu má oproti doterajším typom niekoľko výhod. Odparovanie z konvexnej odparnej plochy je pri malom priemere odparného telesa spojené s predĺženou strednou voľnou dráhou molekúl odparovanej látky. Chladič má v porovnaní s odparným telesom podstatne väčšiu plochu, čo zaručuje výhodné teplotné pomery pri kondenzácii. Pri zavesení odparného telesa v nosnom kotúči je destilovaná látka počas pobytu na ohrevnej ploche stále stieraná a zbytok po ukončení destilácie bezprostredne odchádza z odparného telesa, nezotrváva ďalej v kontakte s ohrevnou plochou, takže nehrozí nebezpečenstvo jeho pripekania a tepelného rozkladu. Stierač so stieracími segmentami má malé rozmery, je konštrukčne jednoduchý a vysoko účinný. Môže sa otáčať proti smeru prirodzeného toku filmu, čo dovoľuje pri vhodnej voľbe jeho obvodovej rýchlosti a veľkosti nástreku zaručiť optimálny proces krátkocestnej destilácie tepelne nestálych látok a látok s nízkou tenziou pár. Vytočením roviny stieracieho segmentu vzhľadom na roviny xy

a yz pravotočivého súradnicového systému zabezpečí sa nadvihovanie filmu a jeho účinné premiešavanie. Vytočením roviny stieracieho segmentu vzhľadom na roviny xy a xz sa zabráni pretoku spracovávanej kvapaliny cez stierací segment, prípadne jej voľnému stekaniu po nosnej tyči mimo odparnú plochu, čím sa zaručí plný neredukovaný odparný výkon. Stierací je možné jednoducho sériovo vyrábať z teflonu alebo z iných umelých hmot s vhodnými vlastnosťami. V odparke je možné s výhodou vytvoriť pomocou jednoduchej zostavy dva oddelené priestory s rozdielnym alebo rovnakým tlakom, s rozdielnou alebo rovnakou teplotou povrchu odparného telesa a tak pri jedinom prechode spracovávanej látky cez odparku vykonať v stieranom filme odplynenie kvapaliny i jej molekulovú destiláciu. Odplynenie kvapaliny môže byť prípadne spojené s odberom prednej frakcie.

Na pripojených výkresoch je na obr. 1 schématicky znázornená laboratórna molekulová odparka podľa vynálezu, na obr. 2 je schématicky ukázaný stierač so stieracími segmentami, nasunutý na odparnom telese. Na obr. 4 je rezom BB', vyznačenom v obr. 3, znázornený uhol α , vzniklý medzi rezom roviny segmentu rovinou yz a medzi rovinou xy. Na obr. 5 je rezom CC', vyznačenom v obr. 3, znázornený uhol β , vzniklý medzi rezom roviny segmentu rovinou xz a medzi rovinou xy. Na obr. 6 je schéma uloženia oddeľovacieho prstenca na odparnej ploche.

Na obr. 1 znázornená laboratórna molekulová odparka podľa vynálezu má odparné teleso 1 nasunutú v nosnom kotúči 2 a súso obklopené kondenzátorom 3 tak, že vzdialenosť medzi odparným telesom 1 a kondenzátorom 3 je 15 až 25 mm. Vákuové tesnenie medzi nosným kotúčom 2 a odparným telesom 1 obstaráva horný zábrus 4 a tesnenie medzi nosným kotúčom 2 a kondenzátorom 3 obstaráva dolný zábrus 5. Zábrusy môžu byť ploché alebo kužeľové. Odparné teleso 1 v hornej časti je opatrené nástrekovou rúrkou 6 a výtokovými otvormi 20. Stierač 8 je tvorený stieracími segmentami 9, uchytenými na nosných tyčiach 10. Nosné tyče 10 sú pevne uchytené na hnanom kolese ozubeného prevodu 11, uloženého v nosnom kotúči 2. Na nosných tyčiach 10 je pevne uchytený rozdeľovač nástreku 7. Kondenzátor 3 je v dolnej časti opatrený rúrkou pre kondenzát 12 a rúrkou pre zbytok 13. Hrdlo pre vákuum 14 slúži na pripojenie odparky na zdroj vákua. Odparné teleso 1 je z vnútornej strany predelené prepážkou 21 a je vyhrievané teplonosným médiom z vonkajšieho zdroja, ktoré prúdi ohrevnými rúrkami 15. Na obr. 2 až 5 je znázornená konštrukcia stierača pre molekulovú odparku podľa vynálezu. Jednotlivé stieracie segmenty 9, uchytené v pravidelných intervaloch na niekoľkých nosných tyčiach 10, s výhodou majú tvar trojbokého hranola s malou výškou a jednu stranu upravenú tak, že tesne dolieha na odparné teleso. Stierací segment 9 je vzhľadom k odparnému telesu 1 vhodne natočený tak, že po stotožnení osi odparného telesa s osou z pravotočivého súradnicového systému rez roviny stieracieho segmentu 9 rovinou yz zvierá s rovinou xy uhol 10 až 45° a rez roviny stieracieho segmentu 9 rovinou xz zvierá s rovinou xy uhol 10 až 45°. Stieracie segmenty 9 sú navzájom posunuté a rozložené na ohrevnej ploche odparného telesa 1 tak, aby bolo zaručené stieranie celej plochy. Je výhodné, ak stieracie segmenty 9 vytvárajú jednochodú alebo dvojchodú prerušovanú skrutkovicu. Spôsob uchytenia stieracích segmentov 9 na nosnej tyči 10 môže byť rozny,

204 444

s výhodou je možné jednotlivé stieracie segmenty 2 navliecť na nosnú tyč 10 a požadovanú vzdialenosť medzi nimi zaistiť a zabrániť ich posunu pomocou tenkostennej trubky, napríklad z teflonu, navlečenej na nosnej tyči 10 medzi stieracími segmentami 2. Na obr. 6 oddeľovací prstenec 16 je tesne nasunutý na odparné teleso 1 a súčasne tesne dolieha na kondenzátor 3. Je spojený s nosnými tyčami 10 stierača 8 a rotuje spolu so stieračom 8. Drážky 17 slúžia na pretok kvapaliny z odplyňovacej časti odparky do destilačnej časti a sú vhodne dimenzované tak, aby pretekajúca kvapalina vytvorila pred nimi kvapalinový stĺpec. Rúrka pre vákuum odplyňovacej časti 18 slúži na pripojenie tejto časti molekulovej odparky na zdroj vákua. Rúrkou pre odvod kondenzátu z odplyňovacej časti 19 sa odvádza kondenzát z tejto časti ako 1. frakcia. Rúrka pre odvod kondenzátu z odplyňovacej časti 19 nemusí byť použitá, potom kondenzát a prípadný prestrek z odplyňovacej časti sa v oddeľovacom prstenci 16 spoja s hlavným prúdom kvapaliny, stekajúcej po odparnom telese 1. Ohrev odparného telesa 1 môže byť podľa potreby alebo sekcionovaný zvlášť pre odplyňovaciu a destilačnú časť, alebo spoločný pre obe časti. Oddeľovací prstenec 16, vyrobený z vhodného materiálu, napríklad z teflonu, v zásade môže alebo nemusí byť použitý v laboratórnej molekulovej odparky podľa vynálezu. Spracovávaná kvapalina je dávkovaná nástrekovou rúrkou 6 cez výtčkové otvory 20 a jej rovnomerné rozdelenie po celom obvode odparného telesa 1 zaisťuje rozdeľovač nástreku 7. Stierač 8 slúži na premiešavanie a prevracanie kvapalinového filmu na odparnej ploche. Kondenzát sa zachytáva na kondenzátore 3 a odvádza sa rúrkou pre kondenzát 12. Destilačný zbytok sa odvádza rúrkou pre zbytok 13.

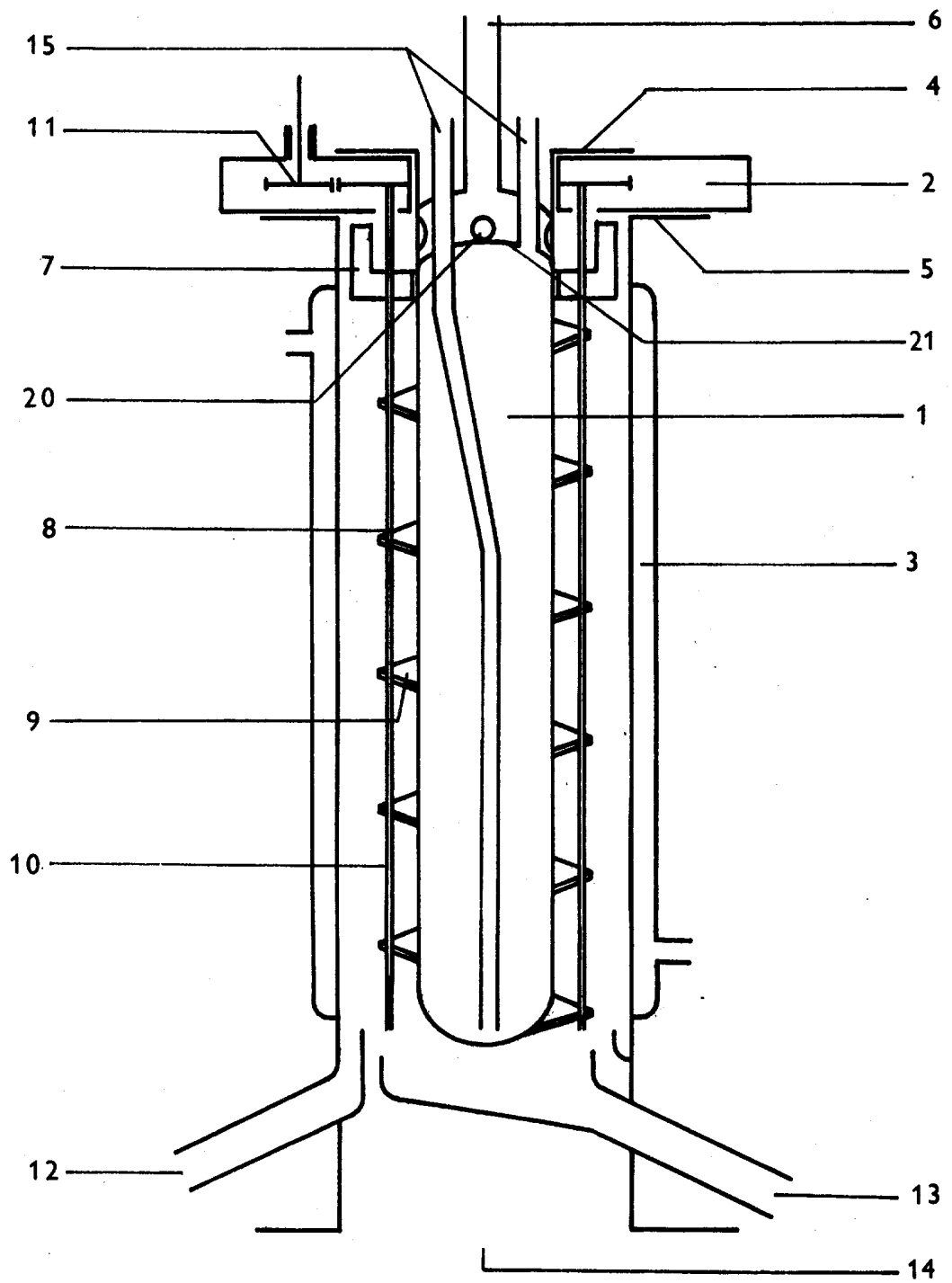
Molekulové odparky sú určené na čistenie, delenie a koncentrovanie látok tepelne nestálych a látok s nízkou tenziou pár. Podklady pre projektovanie a prevádzku produkčných jednotiek sa získavajú na základe experimentálnych údajov získaných z meraní laboratórnych molekulových odparkách. Celková koncepcia laboratórnej odparky podľa vynálezu je riešená pre sklenené odparné teleso, sklenený kondenzátor a kovový nosný kotúč. Pri vyhotovení odparky zo skla destilovaná látka sa nedostáva do kontaktu s kovom a proces destilácie je možné sledovať vizuálne. Na rovnakom princípe však môže byť zostavená i celokovová odparka, kde zábrusy budú nahradené ekvivalentnými spojmi. Molekulovú odparku podľa vynálezu je možné vyhotoviť s roznyimi priermi, popísané výhody sú však najmarkantnejšie pri odparnom telese s priemerom 15 až 20 mm. Rovnako je možné ju použiť ako vákuovú odparku, pracujúcu pri vyšších tlakoch, prípadne aj ako filmový reaktor.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

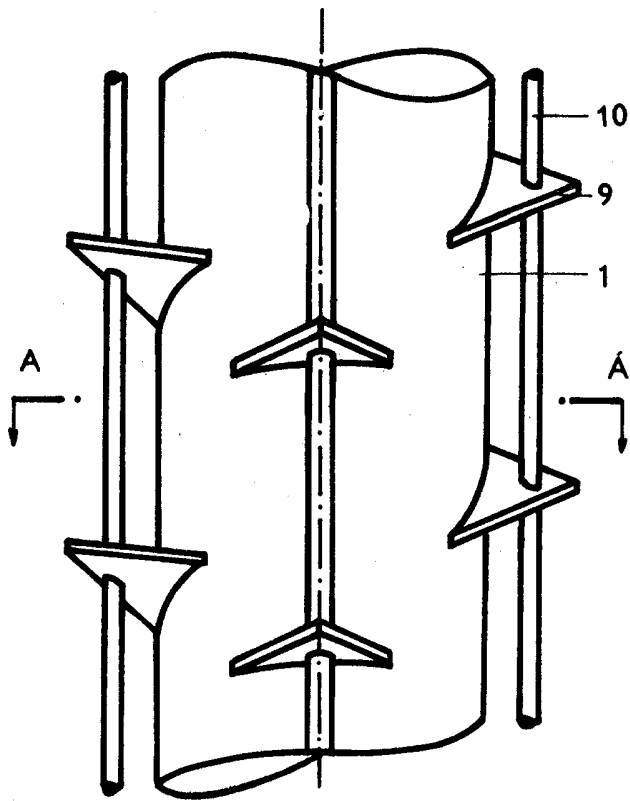
1. Laboratórna molekulová odparka so stieračom s odparným telesom v tvare valca a/alebo zrezaného kužeľa s konvexnou odparnou plochou, vyznačujúca sa tým, že odparné teleso (1) je zasunuté do nosného kotúča (2) a je súso obklopené kondenzátorom (3), pričom vákuové tesnenia sú vytvorené medzi nosným kotúčom (2) a odparným telesom (1) prostred-

- níctvom horného zábrusu (4) a medzi nosným kotúčom (2) a kondenzátorom (3) prostredníctvom dolného zábrusu (5), a stierač (8) je tvorený stieracími segmentami (9) a nosnými tyčami (10).
2. Laboratórna molekulová odparka podľa bodu 1, vyznačujúca sa tým, že nosné tyče (10) stierača (8) sú pevne spojené s hnaným kolesom ozubeného prevodu (11), uloženého v nosnom kotúči (2).
 3. Laboratórna molekulová odparka podľa bodov 1 a 2, vyznačujúca sa tým, že po stotožnení osi odparného telesa (1) s osou z pravotočivého súradnicového systému rez roviny stieracieho segmentu (9) rovinou yz je vzhľadom k rovine xy pod uhlom 10° až 45° a rez roviny stieracieho segmentu (9) rovinou xz je vzhľadom k rovine xy pod uhlom 10° až 45° .
 4. Laboratórna molekulová odparka podľa bodov 1 až 3, vyznačujúca sa tým, že v priestore medzi odparným telesom (1) a kondenzátorom (3) je tesne uložený oddeľovací prstenec (16), pevne spojený s nosnými tyčami (10) stierača (8) a opatrený na strane kontaktu s odparným telesom (1) drážkami (17).

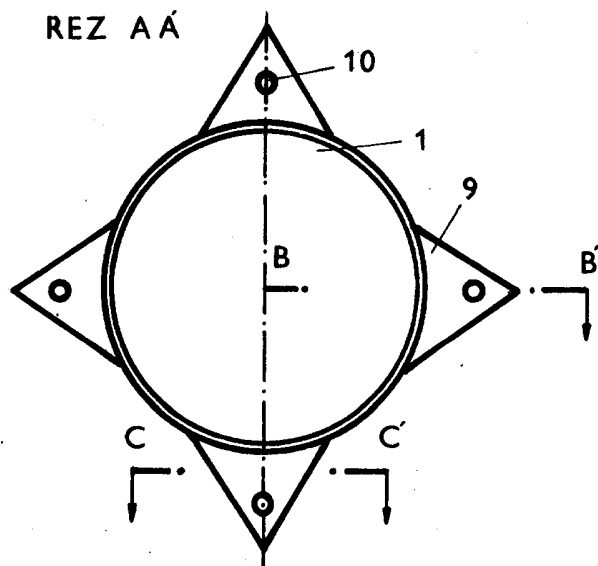
6 výkresov



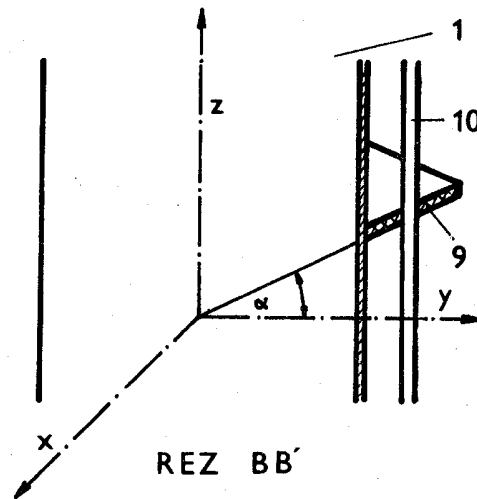
Obr. 1



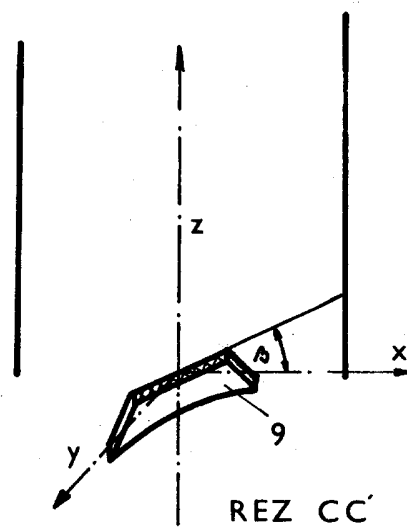
Obr. 2



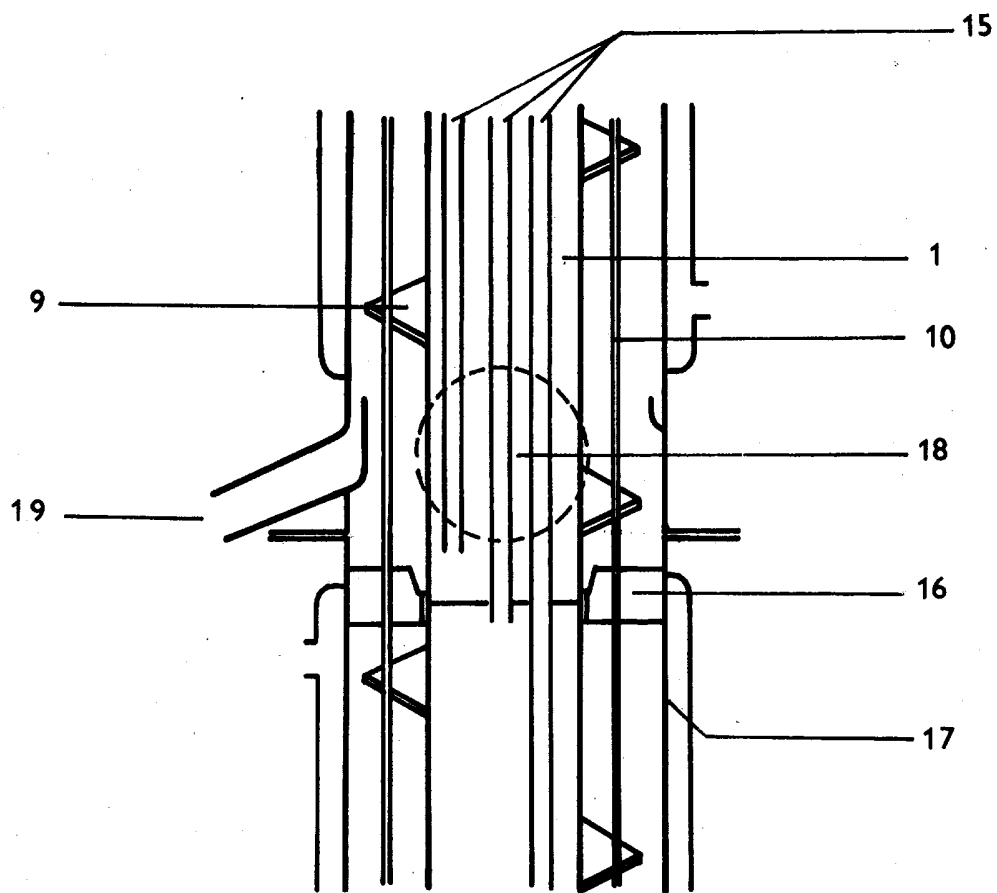
Obr. 3



Obr. 4



Obr. 5



Obr. 6