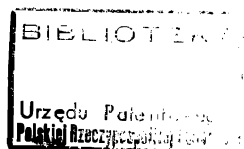


URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19653.

Kl. 6 b, 25.

Société Anonyme des Distilleries des Deux - Sèvres
(Melle, Deux-Sèvres, Francja).

Sposób rozdzielania mieszanin cieczy organicznych.

Zgłoszono 5 lutego 1929 r.

Udzielono 24 stycznia 1934 r.

Pierwszeństwo: 6 lutego 1928 r. (Belgia).

W praktyce przemysłowej zachodzi często potrzeba rozdzielania mieszanin cieczy organicznych, na przykład, gdy ciecz *A*, nierozpuszczalna lub słabo rozpuszczalna w wodzie, zmieszana jest z cieczą organiczną *B*, lotniejszą od niej, oraz z pewną ilością wody. Mieszaniny takie często trudno się rozdzielają zapomocą zwykłej destylacji, ponieważ przy wyciąganiu z nich cieczy najlotniejszej *B* okazuje się, że utworzona mieszanina azeotropowa wody i ciał mniej lotnego *A* nie ulega rozdzielaniu, nawet przy znacznej różnicy między temperaturami wrzenia cieczy *A* i *B*.

Sposób rozdzielania mieszanin cieczy organicznych według niniejszego wynalazku polega na doskonałym rozdzielaniu cie-

czy *A* i *B*, po uprzednim odwodnieniu ich mieszaniny zapomocą zwykłej metody azeotropowej, bądź przez wykorzystanie cieczy nierozpuszczalnej *A* do porywania wody, bądź też przez zastosowanie cieczy pomocniczej *E* łatwiej lotnej (również nierozpuszczalnej w wodzie), która może służyć w obiegu ciągłym.

Proces ten może się odbywać pod ciśnieniem atmosferycznym, albo wyższym lub niższym od atmosferycznego, a ciecze *A* i *B* mogą być ciałami czystymi lub mieszaninami.

Proponowano już wprawdzie (p. pat. niem. Nr 445240) stosowanie ciśnienia różnego od ciśnienia atmosferycznego. Chodziło tam jednak o sposób różny od sposobu

stanowiącego przedmiot wynalazku niniejszego, tamten bowiem proces dotyczył rozdzielania dwóch płynów przez dodanie ciała porywającego, gdy tymczasem wynalazek niniejszy dotyczy rozdzielania trzech ciał, z których jedno stanowi woda. W ten sposób warunki pracy obu tych metod są zupełnie różne.

Przy odpowiedniej różnicy między temperaturami wrzenia cieczy *B* i mieszaniny azeotropowej (ciało *A* lub *E* z wodą) można do całkowitego lub częściowego ogrzania kolumny odwadniającej zastosować pary cieczy *B*, wznoszące się z kolumny destylacyjnej, dzięki czemu zaoszczędza się parę, używaną zwykle do ogrzewania.

Przykłady poniższe wyjaśniają wynalazek, nie ograniczając jednak jego zakresu.

Przykład I. Wiadomo, że oleje fuzytowe, otrzymane jako pozostałość po destylacji zwykłego alkoholu, zawierają przeważnie alkohol izoamylowy (ciecz *A*, temperatura wrzenia $131,8^{\circ}\text{C}$) oraz alkohol izobutyłowy (ciecz *B*, temp. wrzenia 108°C), zmieszane z pewną ilością wody. Obecność wody nie pozwala na otrzymywanie alkoholu butylowego zapomocą zwykłej destylacji, ponieważ następuje tu jednocześnie destylacja alkoholu izoamylowego, który tworzy mieszaninę azeotropową, wrzącą w $94,9^{\circ}\text{C}$, podczas gdy mieszanina azeotropowa wody i alkoholu izobutyłowego wrze w $90,5^{\circ}\text{C}$. Ta mała różnica temperatur wrzenia uniemożliwia dokładne rozdzielanie alkoholu izobutyłowego od izoamylowego.

Zgodnie z wynalazkiem odwadnia się naprzód mieszaninę obu alkoholi metodą azeotropową, stosując benzen, jako ciecz porywającą (ciecz pomocnicza *E*).

Do kolumny 1, uprzednio naładowanej benzenem, przepływa przez rurę 2 mieszanina, przeznaczona do odwodnienia, zawarta w zbiorniku 7. W części dolnej urządzenia skutecznie się ogrzewanie pośrednie zapomocą powierzchni grzejnych 3, w rodzaju np. węzownic lub przyrządów po-

dobnych. Pary, skroplone w skraplaczu 8, przeprowadza się do rozdzielacza 9, gdzie następuje rozdzielanie na dwie warstwy. Warstwa górna, złożona prawie wyłącznie z benzenu, powraca stale do wierzchołka kolumny przez przewód 10, zaś warstwę wodną usuwa się.

Z dolnej części kolumny 1 ścieka bezwodna mieszanina alkoholi izobutyłowego i izoamylowego, którą przez przewód 4 przeprowadza się do kolumny 5, ogrzewanej pośrednio zapomocą powierzchni grzejnych 6 i zaopatrzonej, jak kolumna 1 w skraplacz 11. Oba te alkohole łatwo dają się rozdzielić, ponieważ w nieobecności wody różnica temperatur wrzenia wynosi $23,8^{\circ}\text{C}$, a nie $4,4^{\circ}\text{C}$.

Przykład II. Należy oddzielić chlorohydrynę glikolu, zawartą w mieszaninie wody z cykloheksanolem.

Cykloheksanol, ciecz mało rozpuszczalna w wodzie, wrząca przy $160,6^{\circ}\text{C}$, odgrywa rolę ciała *A*. Chlorohydryna glikolu, mieszająca się z wodą we wszelkich stosunkach i wrząca w temperaturze 120°C , odgrywa rolę ciała *B*.

W obecności wody nie można przez destylację bezpośrednio odciągnąć czystej chlorohydryny, ponieważ cykloheksanol daje z wodą mieszaninę o minimalnej temperaturze wrzenia $97,8^{\circ}\text{C}$, zawierającą około 20% cykloheksanolu, który zanieczyszcza chlorohydrynę.

Zgodnie z wynalazkiem oddzielanie chlorohydryny glikolu od cykloheksanolu skutecznia się ilościowo zapomocą uprzedniego odwodnienia mieszaniny. To odwodnienie można wykonać zapomocą tegoż cykloheksanolu, którego mieszanina azeotropowa porywa 80% wody. Cykloheksanol ten korzystnie jest wprowadzić znowu do destylacji po wydzieleniu z destylatu heterogenicznego w takiej ilości, jaka odpowiada ilości wody, którą należy zapomocą niego odciągnąć. Urządzenie do wykonania niniejszego sposobu jest takie samo, jak w

przykładzie I. Pierwsza kolumna odwadnia, druga oddziela chlorohydrynę glikolu, jako produkt główny, a cykloheksanol stanowi pozostałość (różnica temperatur wrzenia wynosi 32,6°C).

Przykład III. Należy wydzielić w sposób ciągły kwas octowy, zawarty w mieszaninie z octanem cykloheksylu i niewielką ilością wody.

Octan cykloheksylu, ciecz słabo rozpuszczalna w wodzie, wrząca w 175°C, odgrywa rolę cieczy *A*.

Kwas octowy, ciecz mieszająca się z wodą we wszelkich stosunkach, odgrywa rolę cieczy *B*.

Przez destylację bezpośrednią mieszaniny nie można oddzielić kwasu octowego, ponieważ octan cykloheksylu daje z wodą mieszaninę o minimalnej temperaturze wrzenia 98°C, zawierającą 40% octanu.

Zgodnie z wynalazkiem kwas octowy oddziela się ilościowo, odwadniając najpierw mieszaninę w urządzeniu, stosowanym w przykładzie I.

Jako ciecz, porywającą wodę, w pierwszej kolumnie można użyć octanu cykloheksylu, lecz, aby otrzymać w rozdzielaczu 9 warstwę wodną, zawierającą mało kwasu, zaleca się zastosować lotniejszy porywacz wody, np. octan etylowy, który odgrywa również rolę ciała *E*. W kolumnie 5, ogrzewanej wężownicą 6, otrzymuje się kwas octowy, jako produkt pierwszy, i octan cykloheksylu, jako produkt następny (różnica między temperaturami wrzenia wynosi 47°C).

Powyższe przykłady nie ograniczają oczywiście niniejszego wynalazku.

Wspomniane w tych przykładach kolumny 1 i 5 ogrzewane są zapomocą powierzchni grzejnych 3 i 6, lecz, jak zaznaczono na wstępie, możnaby do ogrzewania kolumny 1 zastosować pary cieczy *B*, uchodzące z kolumny 5 przed ich przepro-

wadzeniem do skraplacza 11, o ile różnica między temperaturami wrzenia mieszaniny azeotropowej (ciało *A* lub *E* z wodą) i ciała *B* jest dostatecznie duża.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozdzielania ciągłego mieszanin organicznych, których zapomocą zwykłej destylacji nie można, wskutek zawartości w nich wody, rozdzielać, a które jednak w stanie bezwodnym można rozdzielać w drodze destylacji cząstkowej, znamienny tem, że wodę odciąga się z mieszaniny wodnej w drodze destylacji azeotropowej zapomocą cieczy porywającej, którą wydziela się z jej odpędzonej mieszaniny heterogenicznej z wodą i odprowadza napowrót do kolumny destylacyjnej, poczem pozostałą wolną od wody mieszaninę frakcjonuje się w innej kolumnie.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w charakterze cieczy porywającej wodę stosuje się jeden ze składników mieszaniny pierwotnej i, po wydzieleniu z destylatu heterogenicznego, wprowadza znowu do destylacji w takiej ilości, jaka odpowiada ilości wody, którą należy zapomocą niej odciągnąć.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienna tem, że przy dostatecznie dużej różnicy między temperaturami wrzenia cieczy *B* i mieszaniny azeotropowej (ciała *A* lub *E* z wodą) do całkowitego lub częściowego ogrzewania kolumny (1) stosuje się pary cieczy *B*, uchodzące z drugiej kolumny (5).

Société Anonyme
des Distilleries
des Deux-Sèvres.
Zastępca: K. Czempński,
rzecznik patentowy.

