

5 grudnia 1931 r.

Bold 11/04

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14729.

Kl. 12 c 1.

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

Bold 11/04

Sposób i urządzenie do ekstrakcji.

Zgłoszono 14 marca 1929 r.

Udzielono 8 października 1931 r.

Pierwszeństwo: 15 marca 1928 r. (Belgia).

Stosowana jest w przemyśle ekstrakcja zapomocą rozpuszczalnika *A* ciała *B*, rozpuszczonego w cieczy *C*, która rozpuszcza słabo albo nie rozpuszcza zupełnie rozpuszczalnika *A*.

Rozpuszczalnik *A* może stanowić mieszaninę rozpuszczalników; rozpuszczalnik może również pod zwykłym ciśnieniem i w zwykłej temperaturze nie posiadać stanu ciekłego tak, że trzeba odpowiednio zmieniać ciśnienie i temperaturę, by utrzymać go w stanie przystosowanym do wykonania żądanego procesu. Dzieje się to np. przy użyciu ciekłego kwasu siarkawego do obróbki ropy naftowej w celu oddzielenia zawartych w niej węglowodorów etylenowych.

Ciało *B* może być cieczą lub mieszaniną cieczy, a nawet ciałem stałym w roztworze, co napotyka się zwłaszcza przy wyciąganiu alkaloidów.

Ciecz *C* może być mieszaniną cieczy i może zawierać ciała utrzymywane w roztworze, dzięki obecności ciała *B*, przyczem ciała te będą dążyły do wytrącania się w miarę wyczerpywania się cieczy *B* z mieszaniny *B + C*.

Aby skutecznie te ekstrakcje stosuje się naogół kolumny bądź zaopatrzone w przegrody albo wypełnione ciałami, zwiększającymi powierzchnię zetknięcia między krążącymi cieczami.

Przez tę kolumnę przechodzą w przeciwnym kierunku rozpuszczalnik *A* i mieszanina

cieczy $B + C$ (patrz przykład w pat. niem. Nr 312539). Przy tem krążeniu w kierunkach przeciwnych rozpuszczalnik A dopływa np. od dołu kolumny i odpływa u góry albo odwrotnie, zaś mieszanina $B + C$ dopływa u góry kolumny a odpływa od dołu lub odwrotnie.

W praktyce jednak proces nie przebiega z taką łatwością, jakby to wynikało z jego podstaw teoretycznych. Różnica gęstości rozpuszczalnika A i mieszaniny $B + C$ może nie być duża; a krążenie cieczy w przeciwnych kierunkach może być bardzo powolne, co znacznie zmniejsza wydajność procesu przy danej objętości aparatu. A prócz tego gęstość A zmienia się w miarę pochłaniania przezeń cieczy B ; tak samo zmienia się gęstość mieszaniny $B + C$ w miarę wyczerpywania się cieczy B , tak iż objętości względne i gęstości cieczy krążących w przeciwnych kierunkach stale się zmieniają. Konsystencja cieczy, ich wzajemna rozpuszczalność i cały zespół warunków fizycznych, a zwłaszcza napięcie powierzchniowe wytwarzających się kropelek, powoduje skupianie się na krople o wzrastającej objętości, nawet jeśli ciecze te wprowadzać do kolumny w stanie bardzo drobnego rozpylenia. Skutkiem tego, nie mogąc regulować powierzchni wymiany między dwiema cieczami, ani czasu ich zetknięcia, często prowadzi się ekstrakcję jednej cieczy zapomocą drugiej w warunkach wadliwych. W praktyce stwierdzono, że naogół jest bardzo trudno całkowicie wyczerpać rozpuszczalnikiem A ciało B z cieczy $B + C$, nawet jeśli dla danej pracy kolumna ekstrakcyjna ma dużą pojemność. W tym celu niezbędne są bardzo wysokie wieże, dosięgające 25 m i więcej, co wymaga dużego nakładu oraz znacznych kosztów pompowania (patrz np. Oesterreichische Chemiker Zeitung, Suida, styczeń 1927).

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest fizyczny sposób ekstrakcji, nadzwyczaj

pewny i skuteczny, usuwający wszystkie wyżej wymienione niedogodności przez zwiększenie powierzchni wymiany między cieczami; w zakres wynalazku wchodzi również urządzenie do wykonania powyższego procesu.

Sposób według wynalazku znamieny jest tem, że ekstrakcja B zapomocą A odbywa się stopniowo w kilku kolejnych stadjach zapomocą mieszania i emulgowania cieczy A z $B + C$ w każdym stadjum w celu wytworzenia za każdym razem bardzo dużej powierzchni zetknięcia między oboma cieczami.

Mieszaninę lub emulsję $A + B + C$ pochodzącą z jednego stadjum rozdziela się przez dekantację na dwie części, z których jedną złożoną z A wzbogaconego w B przeprowadza się na następne piętro (licząc w kierunku krążenia rozpuszczalnika A), gdzie działa na nią nowa ilość $B + C$, drugą zaś, złożoną z roztworu $B + C$ zubożony w B , przeprowadza się na piętro poprzedzające dane piętro, gdzie działa się na nią nową ilością A .

Aparat do wykonania niniejszego procesu składa się z pewnej ilości członów, tworzących baterję. Rozpuszczalnik A dopływa i obciążony ciałem B odpływa przez końcowy wylot baterji. Mieszanina $B + C$ płynie w kierunku przeciwnym, ubożając w ciało B .

Każdy człon składa się zasadniczo z dwóch zbiorników, mieszalnika i dekantatora (osadnika). Do mieszalnika dopływają bez przerwy ciecze A i $B + C$, z których jedna pochodzi z członem, poprzedzającego dany człon, druga zaś z członem po nim następującego. Skutkiem energicznego ruchu ciecze te emulgują się, a ciało B rozdziela się natychmiast między rozpuszczalnik A i mieszaninę $B + C$; współczynnik tego rozdzielenia zależy w danym członie od mniejszej lub większej ilości rozpuszczalnika A oraz drugiej zaś cieczy $B + C$ w stosunku do ciała B . Ta równowaga ustala

się prawie natychmiast. Ciecze dokładnie zmieszane wypływają z mieszalnika bez przerwy i dostają się do osadnika, gdzie rozdzielają się na dwie warstwy; objętość osadnika dostosowana jest odpowiednio do szybkości z jaką odbywa się dekantacja.

Ciecz z jednej warstwy kieruje się do mieszalnika człona poprzedniego, ciecz z drugiej warstwy — do mieszalnika człona następnego, gdzie obróbka tych obu warstw odbywa się w dalszym ciągu w taki sam sposób.

Krażenie warstw z jednego człona do drugiego wymaga podnoszenia tych cieczy, aby osiągnąć następnie spływanie pod działaniem siły ciężkości. To podnoszenie odbywa się zapomocą emulgowania przy pomocy powietrza lub gazu obojętnego, lub zapomocą wszelkiego innego środka. Powodując emulgowanie zapomocą powietrza lub innego obojętnego gazu należy stosować obieg zamknięty, aby uniknąć strat przez porwanie cieczy lotnej. Jeśli bateria rozplanowana jest z pewnym spadkiem, to oczywiście jedna z cieczy krąży pod działaniem siły ciężkości, druga zaś podnoszona jest zapomocą emulgowania lub innego środka.

Przy użyciu sposobu emulgowania należy między członami włączyć naczynia ściekowe. Można również wyzyskać ruch mieszania w mieszalnikach tak, żeby ruch ten powodował lub ułatwiał krążenie cieczy.

Bateria może się składać z pewnej ilości członów umieszczonych w jednym lub kilku szeregach lub kolisto, albo wreszcie umieszczonych jeden ponad drugim, można również człony połączyć w kolumnę: bądź to łącząc w jedną kolumnę mieszalniki, w drugą zaś osadniki, bądź też łącząc w jedną kolumnę cały zespół członów.

Na załączonym rysunku przedstawiono przykład urządzenia, wyjaśniający zasady procesu.

Rozmieszczenie aparatów można zmieniać w rozmaity sposób.

W przytoczonym przykładzie wyciąga się zapomocą octanu amyłowego kwas octowy zawarty w wodnym 10% roztworze. W ten sposób przerabia się 250 l roztworu lub 25 l kwasu czystego. Poniżej rozpatrzone zostanie działanie elementu Nr 3.

Do mieszalnika Nr 3 o pojemności 2 litrów doprowadza się przez przewód 10 octan amyłowy już obciążony kwasem octowym z osadnika D_2 , a przez przewód 20 wodny roztwór kwasu, już pozbawiony pewnej części tego ostatniego, pochodzący z osadnika D_4 za pośrednictwem naczynia zlewczego H_4 . Jakikolwiek mieszało R_3 miesza dokładnie obie ciecze, a mieszanina ich ścieka do osadnika D_3 , o pojemności 10 litrów, w którym rozdziela się na dwie warstwy. Warstwa górna, utworzona z octanu amyłowego, zawierającego nieco kwasu octowego ścieka przez rurę 22 do człona sąsiedniego z prawej strony. Warstwa dolna, złożona z wody pozbawionej niewielkiej ilości kwasu octowego ścieka przez naczynie G . Z naczynia tego wznosi się do naczynia H_3 , przechodząc przez przewody 23 i 24 pod działaniem prądu powietrza lub gazu obojętnego, wtryskiwanego przez przewód 25. Zakwaszona woda spływa z naczynia H_3 przez przewód 27 do mieszalnika M_2 sąsiedniego człona z lewej strony. Powietrze lub gaz, który służył do wznoszenia cieczy ulatnia się przez rury 28 i 29 i wchodzi do zbiornika zaopatrzonego w odpowiedni spust. Ze zbiornika tego środek ten przetłaczany jest ponownie zapomocą pompy 31 do zbiornika 26, skąd odpływa przez przewód 32, aby służyć ponownie do podnoszenia cieczy (należy zaznaczyć, że zbiornik 26 powinien się znajdować ponad poziomem hydrostatycznym cieczy, tak żeby podczas zatrzymania ruchu nie mógł się napełnić cieczą, a więc w rzeczywistości winien się znajdować wyżej w stosunku do

baterji niż to przedstawiono na rysunku).

W ten sposób świeży octan amylowy dopływający do baterji przez przewód 36 przepływa przez nią od strony lewej do prawej i obciążony kwasem octowym wypływa przez przewód 33. Świeży wodny roztwór kwasu, dopływający do baterji z prawej strony przez przewód 34, przepływa przez nią podnoszony kolejno zapomocą emulgowania i odpływa przez przewód 35, zupełnie już pozbawiony kwasu.

We wstępie zaznaczono, że ciecz $B+C$ może zawierać ciała rozpuszczone, strącające się w miarę wyczerpywania cieczy B z mieszaniny $B+C$. Zdarza się to np. przy obróbce kwasu octowego zawartego w wodnym roztworze, pochodzącym z fabrykacji octanu celulozy.

Rozpuszczony octan celulozy strąca się w miarę ubożenia wodnistej cieczy w kwas octowy. W praktyce strącony octan celulozy unosi się na powierzchnię zetknięcia dwóch warstw w osadniku, i łatwo się go pozbyć bądź zapomocą czyszczenia od czasu do czasu, bądź też zapomocą jakiegokolwiek innego środka fizycznego.

Przykład ten nie ogranicza zakresu wyanalizku, ponieważ zależnie od gęstości ciała strącającego się można je znaleźć w mieszaninie, bądź to na powierzchni rozdziału obu warstw, bądź też może się on unosić na warstwie górnej, albo też może się strącić w dolnej części osadnika.

W istocie baterja lub kolumna winna się składać z pewnej ilości członów dostosowanej do zamierzonego stopnia ekstrakcji.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób ekstrakcji ciągłej ciała B z jego roztworu w cieczy C , zapomocą działania w przeciwnym kierunku na roztwór $B+C$ rozpuszczalnikami lub mieszaniną rozpuszczalników A , nierozpuszczalną lub słabo rozpuszczalną w C , znamieny tem, że eks-

trakcja B zapomocą A odbywa się stopniowo w kilku kolejnych stadjach zapomocą mieszania i emulgowania A z $B+C$ w każdym stadjum, przyczem mieszanie w celu zemulgowania w danym stadjum, oddzielone jest przez stadjum rozdzielania na dwie warstwy, z których jedną, złożoną z A wzbogaconego w B przeprowadza się do następnego stadjum (licząc w kierunku krążenia rozpuszczalnika A) aby na nią działać nową ilością $B+C$, drugą zaś złożoną z roztworu $B+C$, zubożonego w B , przeprowadza się do stadjum poprzedzającego dane stadjum, aby ją tam poddać działaniu nową ilością A .

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że ekstrakcja odbywa się w temperaturze różnej od temperatury zwykłej.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że ekstrakcja odbywa się pod ciśnieniem różnym od atmosferycznego.

4. Aparat do wykonania sposobu według zastrz. 1 do 3, znamieny tem, że się składa z baterji kilku elementów, z których każdy odpowiada stadjum procesu ekstrakcji i zawiera mieszalnik-emulgator, gdzie odbywa się działanie A na $B+C$, oraz osadnik, gdzie otrzymana mieszanina dzieli się na dwie warstwy.

5. Aparat według zastrz. 4, znamieny tem, że rozmaite człony odpowiadające rozmaitym stadjom procesu ekstrakcji umieszczone są tak, iż tworzą kolumnę.

6. Aparat według zastrz. 4 i 5, znamieny tem, że krążenie przeciwnieprądowe obu cieczy zapewnione jest między poszczególnymi elementami zapomocą urządzenia mechanicznego, np. pompy lub zapomocą gazu sprężonego.

7. Aparat według zastrz. 4 i 5, znamieny tem, że krążenie przeciwnieprądowe obu cieczy zapewnione jest między poszczególnymi elementami dla jednej z cieczy skutkiem siły ciężenia, dla drugiej zaś zapomocą urządzenia mechanicznego, np. pompy lub sprężonego gazu.

8. Aparat według zastrz. 4 i 5, znamiennej tem, że krążenie przeciwpłukowe obu cieczy zapewnione jest w każdym członie dla jednej z nich przez działanie siły ciężkości, a dla drugiej dzięki wyzyskaniu ruchu wytwarzanego przez urządzenie mechaniczne, służące do mieszania.

9. Aparat według zastrz. 4, 6, 7 i 8, znamiennej tem, że wznoszenie cieczy między poszczególnymi elementami ułatwione jest przez naczynia ściekowe, umieszczone między poszczególnymi elementami.

10. Aparat według zastrz. 4, 5, 6 i 7,

znamiennej tem, że wznoszenie cieczy odbywa się zapomocą emulgowania, spowodowanego prądem powietrza lub sprężonego gazu, przyczem krążenie tego powietrza lub gazu odbywa się w obiegu zamkniętym przy pomocy jakiegokolwiek urządzenia mechanicznego.

Société Anonyme
des Distilleries
des Deux-Sèvres.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

