



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

254987
(11) (B2)

(51) Int. Cl.⁴
A 23 L 2/00

(22) Přihlášeno 20 09 85
(21) [PV 6743-85]

(32) (31) (33) Právo přednosti od 21 09 84
(P-249685) Polská lidová republika

(40) Zveřejněno 11 06 87

(45) Vydáno 15 11 88

(72)

Autor vynálezu

KARWOWSKA KRYSTYNA prof. dr., KOSTRZEWA EWA,
ZIETKIEWICZ KONSTANTY, BORKOWSKA MARIA, WARSZAWA (PLR)

(73)

Majitel patentu

INSTYTUT PRZEMYSŁU FERMENTACYJNEGO, WARSZAWA (PLR)

(54) Způsob extrakce přírodních aromatických látek a zařízení k jeho provádění

1

2

Způsob kontinuální protiproudne extrakce přírodních aromatických látek z vodných roztoků získaných destilací pár ze dřevě, ze šťáv nebo ze rmutu ovoce nebo zeleniny dichlordifluormethanem za tlaku 0,3 až 0,6 MPa dichlordifluormethanu v kapalně a v plynné fázi, použitého v množství 1 objemového dílu na 3 až 4 objemové díly vodného roztoku aromatických látek o teplotě o 5 až 15 °C vyšší, než je teplota zaváděného dichlordifluormethanu.

Způsob se provádí v zařízení ve formě plněného sloupce, přičemž spodní část plněného extrakčního sloupce je spojena prostřednictvím odparky rozpouštědla, izolátoru pro čištění odpařeného rozpouštědla a kompresoru s horní částí plněného extrakčního sloupce, která je spojena se sloupcem pro oddělování rozpouštědla z extrakční vody, přičemž plněný sloupec je vybaven termostatickými výměníky tepla.

Vynález se týká způsobu extrakce přírodních aromatických látek z kapalného prostředí, získaného destilací par ze dřevě, ze šťáv nebo ze rmutu z ovoce nebo ze zeleniny a zařízení k provádění této extrakce.

Extrakce ze systému kapalina—kapalina se stále více používá v různých oborech chemické technologie — při výrobě syntetického kaučuku, kaprolaktamu a jiných produktů organické syntézy, při výrobě jaderných paliv, při výrobě antibiotik a při zpracování ropy. Takové extrakční způsoby se provádějí v extrakčních zařízeních pracujících přetržitě nebo kontinuálně. Jakožto extraktory kontinuálně pracující jsou známy například protiproudě pracující kolony.

Způsob získání odvodněných aromatických látek je znám z polského patentového spisu č. 97 458. Způsob je založen na tom, že se vodný ethanolový roztok aromatických látek zavádí v množství 50 až 70 %, vztaženo na obsah extraktoru, do přetržitě pracujícího extraktoru, načež se zavede kapalný dichlordifluormethan pod tlakem 0,3 až 0,5 MPa. Potom se zapojí míchadlo a aromatické látky, obsažené v kapalině, se extrahují po dobu půl hodiny až dvou hodin v závislosti na zpracovávané surovině. Pak se míchadlo zastaví, směs se nechá ustát, roztok aromatické látky klesne ke dnu a tak se dichlordifluormethanová fáze oddělí od vodné fáze.

Dichlordifluormethanová fáze se zavede do odparky, zatímco vodná fáze, zbylá v extraktoru, se z jednotky odvádí jakožto odpad. Rozpouštědlo se odpaří při teplotě -10 až -30 °C v odparce chlazené ztekuceným dichlordifluormethanem, přičemž se dichlordifluormethan po průchodu vodním filtrem a absorpčním filtrem v plynné fázi ochladí v kondenzátoru na teplotu pod -30 °C. Takto získaného dichlordifluormethanu se může opět použít v dalším extrakčním cyklu.

Tento způsob a používané zařízení umožňují získat účinnou látku 30 000 až 100 000-krát koncentrovanější ve srovnání s výchozím roztokem aromatických látek (například šťávy).

Nedostatkem shora uvedeného způsobu je jeho cykličnost. Za provozních podmínek je nemožnost pracovat kontinuálně spojena s nutností skladovat koncentráty aromatických látek, což je pro závod svízelné a vyžaduje použití mrazicích zařízení pro skladovací nádoby s vodným ethanolovým extraktem aromatických látek.

Úkolem vynálezu je vyvinout kontinuální způsob extrakce přírodních aromatických látek z kapalného prostředí za použití dichlordifluormethanu a vyvinout vhodné zařízení pro provádění tohoto způsobu.

Nyní se s překvapením zjistilo, že zavádění rozpouštědla ve formě dvou fází, kapalně a plynně, do kontinuálního protiprouděho extraktoru umožňuje současně provádět dvě operace, přičemž jednou touto

operací je kapalinová protiproudá extrakce kapalnou fází a druhou touto operací je několikanásobná koncentrace aromatických látek v průběhu tohoto procesu plynnou fází. Tím se podstatně zvyšuje kapacita tohoto způsobu extrakce.

Způsob podle vynálezu je založen na tom, že se kontinuální protiproudá extrakce provádí za tlaku 0,3 až 0,5 MPa extrakčním rozpouštědlem v kapalně a v plynné fázi, přičemž se používá jednoho objemového dílu dichlordifluormethanu na 3 až 4 objemové díly vodného roztoku aromatických látek, majícího teplotu přibližně o 5 až 15 °C vyšší, než je teplota zaváděného dichlordifluormethanu.

Předmětem tohoto vynálezu je tedy způsob extrakce přírodních aromatických látek z vodných roztoků dichlordifluormethanem, který je vyznačený tím, že se kontinuální protiproudá extrakce provádí za tlaku 0,3 až 0,6 MPa extrakčním rozpouštědlem v kapalně a v plynné fázi, použitým v množství 1 objemového dílu dichlordifluormethanu na 3 až 4 objemové díly vodného roztoku aromatických látek o teplotě o 5 až 15 °C vyšší, než je teplota zaváděného dichlordifluormethanu a zařízení pro provádění tohoto způsobu.

Zařízení pro způsob extrakce přírodních aromatických látek z vodných roztoků dichlordifluormethanem má formu sloupce s náplní, jehož spodní část je spojena prostřednictvím odparky rozpouštědla, izolátoru pro čištění odpařeného rozpouštědla a kompresoru s hlavou plněného extrakčního sloupce, která je pak spojena se sloupcem pro oddělování rozpouštědla z vodné fáze. Nadto je extrakční plněný sloupec vybaven dvěma termostatickými výměníky tepla.

Pro větší specifickou hmotnost, než jakou má vodný roztok aromatických látek, klesá rozpouštědlo sloupcem dolů, přijímá teplo od roztoku, a proto se částečně odpařuje. Odpařené rozpouštědlo ve formě bublin zvětšuje stykovou plochu obou složek a tak zvyšuje povrchovou extrakci. Kromě toho bubliny způsobují, že se složky promíchávají a extrahované aromatické látky se koncentrují v kapalném rozpouštědle.

V průběhu procesu se část rozpouštědla dokonale oddělí z extraktu. Způsob podle vynálezu nadto přídatně umožňuje snížit kvantitativní poměr rozpouštědla k vodnému roztoku aromatických látek v průběhu extrakce.

Příklad 1

Páry těkavých složek, oddělených ze 100 kilogramů celerové rozmělněné hmoty se zkondenzují a ochladí se ve výměníku tepla na teplotu $+26$ °C, načež se dávkovacím čerpadlem zavádějí na dno kolony, kde přicházejí do styku s extrakčním činidlem o teplotě $+13$ °C protiproudě zaváděným.

Extrakční proces probíhá za tlaku 0,45 MPa, přičemž se aromatické látky převádějí z kapalně fáze do extrakčního činidla po celé délce kolony. Pro větší afinitu dichlordifluormethanu k aromatickým látkám se aromatické látky kvantitativně extrahují z vodného prostředí do rozpouštědla a spolu s rozpouštědlem se zavádějí do další části kolony.

Díky plynné fázi rozpouštědla se rozpouštědlo koncentruje. Zbývá vodná fáze, prostá aromatických látek, se vypustí, zatímco z koncentráту aromatických látek v rozpouštědle se rozpouštědlo dokonale odpaří. Odpařené rozpouštědlo se nejdříve čistí a pak se vrací do extrakčního procesu, který je uzavřený. Složky celerové hmoty se oddělí, přičemž se ze 100 g celerové hmoty získá 17,5 ml bezvodé celerové aromatické látky. Kvantitativní podíl rozpouštědla a kondenzovaných par dosáhne hodnoty 1 : 3.

Příklad 2

Páry aromatických látek z jablek se destilují v množství 15 % ze šťávy připravené kondenzací a zavádějí se do výměníku tepla, kde se po kondenzaci ochladí na teplotu 17 °C a roztok se pak zavádí do extrakční kolony, do které se hlavou zavádí rozpouštědlo o teplotě +2 °C. Tlak se v extrakční koloně zvýší na 0,31 MPa a kvantitativní poměr dichlordifluormethanu a vodného aróma z jablek dosáhne hodnoty 1 : 3,4.

Extrakce se provádí podobně jako podle příkladu 1. Ze 100 litrů kondenzovaných par se získá 5 ml bezvodých aromatických látek z jablek.

Příklad 3

Na teplotu 30 °C se zahřeje 100 litrů kondenzátu aromatických látek z malin (faktor zahuštění 1 : 200) a extrahuje se přidáním rozpouštědla o teplotě +24 °C. Tlak v extrakční koloně dosáhne 0,6 MPa a kvantitativní poměr dichlordifluormethanu ke kondenzátu je 1 : 4. Tak se získá 40 ml bezvodých aromatických látek z malin.

Způsob podle vynálezu se provádí v zařízení, které je schematicky znázorněno na obr. 1.

Zařízení ve formě sloupce s náplní pro extrakci aromatických látek z vodných roztoků sestává z plněného extrakčního sloupce 1, jehož spodní část je spojena prostřednictvím odparky 2, izolátoru 3 pro čištění odpařeného rozpouštědla a kompresoru 4 s horní částí plněného extrakčního sloupce 1. Kromě toho zařízení je vybaveno termostatickým výměníkem tepla 5 a 55.

Plněný extrakční sloupec 1, s náplní například ve formě Bialeckého kroužků, je spojen s horní nádobou 7 a se spodní nádobou 8, které pracují jako separátory. Spodní nádoba 8 má potrubí 9 s dávkovacím čerpadlem 10 a slouží k dávkování vod-

ného roztoku aromatických látek. Ze spodní nádoby 8 se potrubím 11 odvádí freónové roztoky aromatických látek do odparky 2 rozpouštědla. Potrubí 11 je vybaveno uzavíracím ventilem 12, dávkovacím čerpadlem 13 a ventilem 14, přičemž vstup vodného roztoku aromatických látek do plněného extrakčního sloupce 1 je umístěn nad výstupem rozpouštědla z plněného extrakčního sloupce 1.

Spodní část odparky 2 rozpouštědla je spojena ventilem 15 s nádobou 16 pro hotový produkt, jejíž spodní část je vybavena vypustním ventilem 17 k vypouštění hotového produktu. Horní část nádoby 16 pro hotový produkt je spojena potrubím 18 s horní částí odparky 2 rozpouštědla. Odparka 2 rozpouštědla je spojena s izolátorem 3 plynu metodou sorpce a vymražování. Izolátor 3 plynu je spojen uzavíracím ventilem 19 s vyrovnávací nádrží 20 pro plynný dichlordifluormethan. Horní část izolátoru 3 plynu má kondenzátor 21 pro zajišťování konstantní hladiny kapalného rozpouštědla v plněném extrakčním sloupci 1. Vyrovnávací nádrž 20 je spojena potrubím 22 se sací trubicí kompresoru 4, zatímco tlaková trubka je spojena potrubím 23 s horní částí plněného extrakčního sloupce 1. Potrubí 23 kompresoru 4 je přidavně spojeno s pomocnou nádrží 24 pro kondenzované rozpouštědlo potrubím 25, které má uzavírací ventil 26. Horní nádoba 7 je spojena s pomocnou nádrží 24 potrubím 27 pro zavádění kapalného rozpouštědla přes ventily 28 a 29.

Potrubí 30 spojuje pomocnou nádrž 24 pro kondenzované rozpouštědlo s izolátorem 3 plynu přes ventily 28 a 31. Horní část horní nádoby 7 je spojena uzavíracím ventilem 32 se sloupcem 6, kde se oddělují stopy rozpouštědla od vody. Potrubí 33 spojuje sloupec 6 s vyrovnávací nádrží 20. Spodní část sloupce 6 je vybavena vypouštěcím ventilem 34 k vypouštění odpadní vody.

Zařízení podle vynálezu je vybaveno dvěma termostatickými výměníky 5 a 55 tepla. Termostatický výměník 5 tepla je termostatickým kondenzátorem ke kondenzaci dichlordifluormethanu, zatímco termostatický výměník 55 tepla zahřívá vodný roztok aromatických látek.

Vodný roztok aromatických látek se zavádí potrubím 9 do spodní části plněného extrakčního sloupce 1 naplněného kapalným dichlordifluormethanem, načež stoupá vzhůru plněným extrakčním sloupcem 1 v důsledku rozdílů specifické hmotnosti vody a dichlordifluormethanu, dichlordifluormethan se zavádí v plynné fázi do horní nádoby 7, vybavené termostatickým výměníkem 5 tepla a kondenzuje v této horní nádobě 7 a pro svoji vyšší specifickou hmotnost klesá ve formě kapek plněným extrakčním sloupcem 1.

Aromatická látka se extrahuje v plněném

extrakčním sloupci 1 z vodného roztoku do dichlordifluormethanu a potrubím 11 se odvádí do odparky 2 rozpouštědla. V odparce 2 rozpouštědla se odpařuje dichlordifluormethan a vede se do izolátoru 3, kde se oddělí případně odpařeným rozpouštědlem stržené aromatické látky. Oddestilovaný dichlordifluormethan v plynné fázi se shromažďuje ve vyrovnávací nádrži 20, ze které se odvádí kompresorem 4 do horní nádoby 7. Extrakční voda, shromážděná v horní ná-

době 7 nad rozpouštědlem se odvádí potrubím s uzavíracím ventilem 32 do sloupce 6.

Plynné rozpouštědlo se odděluje pod tlakem blízkým atmosférickému tlaku. Před uzavíracím ventilem 32 je tlak až 0,3 až 0,6 MPa a za ním je tlak blízký tlaku atmosférickému. Dichlordifluormethan, rozpuštěný ve vodě, se odděluje ve sloupci 6 a pak se zavádí potrubím 32 do vyrovnávací nádrže 20.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob extrakce přírodních aromatických látek z vodných roztoků dichlordifluormethanem, vyznačený tím, že se kontinuální protiproudá extrakce provádí za tlaku 0,3 až 0,6 MPa dichlordifluormethanem v kapalně a v plynné fázi, použitým v množství 1 objemového dílu dichlordifluormethanu na 3 až 4 objemové díly vodného roztoku aromatických látek o teplotě o 5 až 15 °C vyšší, než je teplota zaváděného dichlordifluormethanu.

2. Zařízení ve formě plněného sloupce pro

extrakci aromatických látek z vodných roztoků podle bodu 1, vyznačené tím, že spodní část plněného extrakčního sloupce (1) je spojena prostřednictvím odparky (2) rozpouštědla, izolátoru (3) pro čištění odpařeného rozpouštědla a kompresoru (4) s horní částí plněného extrakčního sloupce (1), která je dále spojena se sloupcem (6) pro oddělování rozpouštědla z extrakční vody, přičemž plněný extrakční sloupec (1) je vybaven termostatickým výměníkem (5, 55) tepla.

