

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

268 005

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
B 01 D 3/14

(21) PV 4175.87.M
(22) Přihlášeno 08 06 87

(40) Zveřejněno 12 07 89
(45) Vydáno 31 07 90

(75)
Autor vynálezu

VACEK JAN ing.,
KNOFLÍČEK KAREL ing., BRNO

(54) Způsob dělení vodnoalkoholických směsí

(57) Řešení se týká dělení vodnoalkoholických směsí, zvláště azeotropických směsí extrakční rektifikací. Jeho podstata spočívá v tom, že extrakčního účinku se dosahuje zvýšením koncentrace jedné ze složek dělení směsi, například vody, přiváděné na hlavu kolony. Pokud těkavější složka netvoří azeotrop se složkou přiváděnou jako nástřík na hlavu kolony, získá se přímo v jedné operaci v čistém stavu spojením extrakční reaktifikační kolony s normální rektifikační kolonou. Je-li těkavější složka nemísitelná nebo jen omezeně mísitelná s nástříkem, oddělí se méně těkavé složky pouze z větší části a zbylý podíl v destilátu se odstraní v normální kapalinové extrakční koloně, kde jako extrakčního činidla se použije nástříku.

Dělení vodnoalkoholických směsí, zvláště pak azeotropických směsí je většinou obtížnou technologickou záležitostí. V mnoha případech lze azeotropickou směs rozdělit extrakcí mezi dvě nemísící se fáze a jednotlivé složky izolovat destilací těchto fází. Často lze přidáním další složky ovlivnit relativní těkavost jednotlivých složek tak, že je směs možno rozdělit rektifikací. Podle povahy přidané složky se rozeznává azeotropní rektifikace, extraktivní rektifikace nebo rektifikační extrakce.

Společným nedostatkem těchto metod je, že do dělené směsi se zavádí cizí složky, které je nutno z jednotlivých frakcí dodatečně izolovat. Úplné rozdělení směsi na čisté složky tudíž představují několik na sobě nezávislých operací, což nepříznivě ovlivňuje ekonomiku výroby.

Tyto nedostatky do značné míry odstraňuje způsob dělení vodnoalkoholických směsí podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že extrakčního účinku se dosáhne zvýšením koncentrace jedné ze složek dělení směsi, např. vody, přiváděné na hlavu kolony. Pokud těkavější složka netvoří azeotrop se složkou přiváděnou dodatečně jako nástřik na hlavu kolony, získá se těkavější složka přímo v jedné operaci v čistém stavu, a to spojením extrakční rektifikační kolony s normální rektifikační kolonou. Je-li těkavější složka nemísitelná se složkou přiváděnou jako nástřik, provede se v extrakční reaktifikační koloně oddělení méně těkavé složky nebo složek pouze z větší části a zbylý podíl v destilátu se odstraní v normální kapalinové extrakční koloně, kde jako extrakční činidlo se použije složka přiváděná jako nástřik na hlavu extrakční rektifikační kolony.

Jedná se v podstatě o extraktivní rektifikaci, avšak místo přiváděné další složky se na hlavu kolony přivádí nejméně těkavá složka dělené směsi, která silně asociuje s druhou složkou a průchodem kolony ji strhává, takže dochází k jejímu hromadění ve vařáku. Zvýšení koncentrace nejméně těkavé složky zvětší relativní těkavost třetí, nejméně asociované složky, která odchází na hlavě kolony jako destilát. Pokud tato složka netvoří s přídavnou složkou binární azeotrop, lze jí prodloužením kolony o obohacovací část získat přímo v čistém stavu. V případě, že dochází k tvorbě binárního azeotropu, je nutné samostatně jej zpracovat buď extrakcí, nebo azeotropickou destilací.

Tím, že se do dělené směsi nezavádí další pomocná složka, jsou náklady na rozdělení směsi podstatně nižší, neboť ve většině případů nejméně těkavou složkou je voda, která po postupném vydestilování obou složek zůstane ve vařáku a dále se již nedestiluje. Pokud je třeba za účelem ostrého oddělení složek oddělit mezifrakci, zpracuje se tato společně s další šarží. Způsob je zvláště vhodný pro dělení vodnoalkoholických směsí, např. směs aceton - metanol - voda; octan ethylnatý - etanol - voda apod. Princip spočívá v dodatečném přivádění vody na hlavu nebo na určité patro kolony, takže alkohol, který s vodou silně asociuje, se hromadí ve vařáku, zatímco neasociovaná složka nebo jen málo asociovaná přechází do destilátu.

Příklad 1

Dělení směsi aceton-metanol-voda

Směs aceton-metanol-voda nelze přímou rektifikací rozdělit, neboť vzniká binární azeotrop aceton-metanol. Tuto směs rozdělíme extrakční rektifikací na laboratorní koloně o průměru 25 mm, plněné Raschigy 3 x 4 mm a výšce náplně 1 m.

Do destilační baňky o objemu 1 l se předloží 800 ml směsi o složení 80 % aceton, 14 % metanol, 6 % voda. Po vytemperování kolony za totálního refluxu se začne s nástřikem vody na hlavu kolony rychlostí 10 ml/min a současně se začne s totálním odběrem destilátu. Po vydestilování 650 ml se nástřik vody zastaví a po odvrhnutí malé mezifrakce je vydestilován za refluxu metanol. V destilační baňce zůstane prakticky čistá voda. Vlhký aceton se potom zpracuje na stejné aparatuře. Získá 550 ml čistého acetonu.

Příklad 2

Dělení směsi octan ethylnatý-etanol-voda

Aparatura - smaltovaný duplikátor 250 l, opatřený rektifikační kolonou Js-150 s náplní skleněných Raschigů o celkové délce náplně 2,5 m. Pod hlavu kolony se přes rotametr přivádí voda. Extrakce se vede za totálního odběru destilátu.

Do duplikátoru se předloží 145 kg směsi o složení odpovídajícím zhruba složení azeotropu. Po vytemperování kolony za totálního refluxu se nastříkuje voda rychlostí cca 54 l/min. Asi po 5 minutách se začne s totálním odběrem destilátu. Postupně je zvyšována teplota v kotli tak, aby rychlost destilace byla po celou dobu extrakce přibližně konstantní. Jakmile teplota na hlavě kolony začne stoupat, je destilát přepojen na druhou jímku a zastaven nástřik vody. Potom se za refluxu vydestiluje mezifrakce a nakonec vlhký etanol. Získá se 98 kg binár octan ethylnatý-vody, 12,5 kg frakce, o v.t. 70,5 až 77°C a 33 kg vodnatého etanolu. Celková doba operace je 5,5 h. Vydestilovaný binár je bez potíží azeotropicky odvodněn, což je důkaz dokonalé extrakce.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob dělení vodnoalkoholických směsí, zvláště azeotropických směsí extrakční rektifikací, vyznačující se tím, že extrakčního účinku se dosáhne zvýšením koncentrace jedné ze složek dělené směsi, například vody, přiváděné na hlavu kolony.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že pokud těkavější složka netvoří azeotrop se složkou přiváděnou dodatečně jako nástřik na hlavu kolony, získá se těkavější složka přímo v jedné operaci v čistém stavu, a to spojením extrakční rektifikační kolony s normální rektifikační kolonou.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že pokud těkavější složka je nemísitelná nebo jen omezeně mísitelná se složkou přiváděnou jako nástřik na hlavu kolony, provede se v extrakční rektifikační koloně oddělení méně těkavé složky nebo složek pouze z větší části a zbylý podíl v destilátu se odstraní v normální kapalinové extrakční koloně, kde jako extrakčního činidla se použije složka přiváděná jako nástřik na hlavu extrakční rektifikační kolony.