

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ŽAŠTITU

Klasa 12 (6)



INDUSTRISKE SVOJINE

Izdan 1 januara 1933.

## PATENTNI SPIS BR. 9402

**Naamlooze Vennootschap de Bataafsche Petroleum Maatschappij,  
Haag, Holandija.**

Postupak za izradu čistih komponenata (sastojaka) ili grupa komponenata iz smeše tečnosti.

Prijava od 30 septembra 1931.

Važi od 1 januara 1932.

Traženo pravo prvenstva od 18 novembra 1930 (Holandija).

Ovaj se pronalazak odnosi na postupak za izradu čistih komponenata (sastojaka) ili grupa komponenata iz smeše tečnosti.

Poznato je uklanjanje iz tečnosti izvesnih komponenata izvlačenjem u suprotnom toku sa tečnim agensom za izvlačenje. Samo one materije dolaze u obzir, koje su nerastvorljive ili koje nisu lako rastvorljive u tečnom proizvodu za izdvajanje, i koje istovremeno imaju veliki kapacitet razlaganja za sastojke, koji se izvlače iz tih početnih proizvoda.

U praksi ova na izgled prosta operacija, ako se želi dobro iskorišćenje dovoljno čistih sastojaka, čini velike teškoće, koje se mogu savladati po ovom pronalasku.

S jedne strane pomoćna tečnost za upotrebu, t. j. agens za izvlačenje, potrebno je da ima odgovarajući kapacitet za razlaganje komponenata za izvlačenje, pošto u tom slučaju visokom koncentracijom ekstrakta u pomoćnoj tečnosti jesu manje količine agensa za izvlačenje i ekstrakta za izdvajanje, a s druge strane rastvarač treba da bude što selektivniji, odn. drugim rečima on treba da rastvara jedino onu komponentu, koja se želi dobiti u čistom stanju.

Pošto komponenta ili više njih za izdvajanje ima neke osobine, koje odgovaraju drugim, na pr. homologe u ugljovodoniku ili serijama masnih kiselina, to je teže naći rastvarač, koji će ukloniti samo jednu od tih komponenata iz smeše. Prema tome potrebno je u praksi upotrebiliti rastva-

rače, koji nemaju dovoljno selektivnu aktivnost.

Pomoću takvog rastvarača, gde se želi odvajanje tečne smeše, može se dobiti samo jedna komponenta u absolutno čistom stanju ispiranjem u struji protivnog toka i prema poznatom postupku.

Ako pretpostavimo da je rastvarač X upotrebljen, iz smeša materija A i B, može se dobiti samo ona materija u čistom stanju, koja se najmanje rastvara u materiji X. Upotrebom odgovarajuće količine X-a, komponenta B se može potpuno isprati iz smeše A-B. Iskorišćenje takvog procesa biće manje, prema tome ako je rastvorljivost A u X veća.

Zatim je poznato ispiranje ulja u protivnom toku i hlađenje tečnosti isprane kao i rastvora ekstrakta, dobivenog pri što nižoj temperaturi, i vraćanje izdvojenih proizvoda za vreme hlađenja procesu pranja.

U patentu br. 8055 predloženo je već da se za izradu čistih sastojaka iz tečnih smeša izvrši izvlačenje pomoću dveju pomoćnih tečnosti, pri čem jedna komponenta ili grupa komponenata smeše za razlaganje može služiti kao jedna od pomoćnih tečnosti.

Sada je pronađeno da se u tom slučaju izvlačenje može načiniti boljim, dobijajući pri tom čiste komponente, i da se tečni rastvor ekstrakta u agensu za izvlačenje može oslobođiti komponente isto tako u njemu rastvorene i to u manjem stubu i sa

manje tečnosti za pranje, ako se vodi računa, da odnos oticanja za sve vreme ispiranja bude što povoljniji i stalan, t. j. da je oticanje stalno za vreme celog procesa pranja izuzev prekida pri upustu smeše za izdvajanje. Ovo se postiže time, što se gornjem rastvoru ekstrakta u agensu za izvlačenje, a za vreme celog ili delimičnog pranja, održava postepeni temperaturski gradient.

Da bi što bolje objasnili ideju delimičnog izvlačenja dobro je istu sravniti sa onim što se dešava u destilacionom stubu.

Na isti način kao što će smeša tečnosti i pare, koja ulazi u destilacioni stub biti više ili manje potpuno odvojena regulisanjem proticanja (ovo odvajanje je potpuno, ako je proticanje u aktivnom delu stuba što stalnije), tako će i jačina izvlačenja zavisiti od molekularnog odnosa oticanja, koja će se održavati što stalnijim podešavanjem temperaturskog gradijenta.

Temperaturski gradijent treba da isključi mešanje dveju faza ma u kom delu stuba, usled čega će se sprečiti izvlačenje u tom delu.

Pošto se frakcionisanjem može dobiti samo jedna čista komponenta, ako se oticuća tečnost satoji iz tog izvora, to se isto tako sa ekstrakcionom tečnošću može dobiti samo jedna komponenta, ako se za vreme poslednjeg hlađenja izdvaja samo čista komponenta iz agensa za izvlačenje. Ova tečnost, koja će se kretati onda u suprotnom toku prema tečnosti za ispiranje, odgovara oticanju, izrazu poznatom u destilaciji.

Priloženi nacrt pokazuje šematički vertikalni stub za izvlačenje. Pronalazak nije ograničen na opisani aparat.

Tečna smeša, koja se sastoji iz dve komponente za odvajanje ulazi u stub kod O, koja tačka može biti na različitim visinama. U tom smislu smeša se susreće sa kapima tečnosti X za izvlačenje, koja otiče iz izbušene cevi, siska ili tome sl. Količina tečnosti je regulisana tako, da tečnost koja izlazi iz stuba pri vrhu, sadrži samo komponentu A.

Po povratnom postupku tečnost za izvlačenje izašla bi iz stuba baš ispod mesta O, usled čega bi izlazna tečnost sadržala i A i B, ali više B nego A.

U ovom postupku temperatura se smanjuje postupnim hlađenjem, koje se može izvesti na pr. pomoću omota 1 za hlađenje, 2, 3, tako da se menjanje ne može vršiti i oticanje je stalno preko oba dela putanja za pranje, pri čem valja voditi računa, da podešavanjem brzine ispiranja, visine itd. tečnost za izvlačenje na dnu stuba sadrži samo komponentu B u rastvoru

i dovoljna količina ove komponente izdvajena iz agensa za izdvajanje, počinje da teče u protivnom toku ka pomoćnoj tečnosti. Mala količina A, koja se još nalazi iznad poslednjeg mesta, istiskuje se i ispira istovremeno sa još manjom količinom B, a zbog svoje smanjene specifične težine penje se i nailazi na pomoćnu tečnost, koja sadrži više B nego A, koja zbog svojeg selektivnog kapaciteta rastvaranja može izdvajiti više B nego A.

Takva operacija, koja se potpuno može regulisati temperaturskim gradientom i dužinom putanje izdvajanja, udešena je tako, da tečnost istisnuta tečnošću za izvlačenje za vreme izdvajanja na istoj visini, pri kojoj ulazi u stub početni proizvod ima isti sastav kao i početni proizvod.

Pad temperature ne mora prestati na ulazu, pošto je jasno da se katkad dejstvo temperaturskog gradijenta treba primeniti u mnogo većem delu stuba. Kao rezultat gornji deo stuba može se zagrevati, zbog čega su i predviđeni grejni omoti 4 i 5. Zagrevanje može biti električno, na pr. kod 4. Agens za izvlačenje može se dovoditi i u toploj stanju.

Usled toga količine tečnosti, koje se stalno nalaze u velikom delu stuba u stanju razlaganja, t. j. fino razdeljene, uzimaju magličastu ili često mlečnu boju.

Ovo stanje, koje, jasno je, prati proces, može u nekim slučajevima činiti teškoće.

Jasno je da dobar rad stuba zavisi od podizanja tečnosti do nešto izdignutog niveoa. Ovo podizanje, koje je izazvano razlikom u specifičnoj težini, može se delimično sprečiti pojmom emulzija, koja se javlja kod pravilnog rada stuba. Dodavanjem materija, koje teže da promene površinski napon između tečnosti, može se otkloniti ova nezgodna sporedna operacija.

Proces po pronalasku nije ograničen na upotrebu ekstrakcionih tečnosti težih od smeše za razlaganje. Obrnuto može isto tako biti slučaj, a da se ne povredi suština pronalaska.

Jasno je, da se opisani postupak, može ponoviti nekoliko puta i sa dobivenim ekstraktom posle prvog pranja i sa rafiniranim proizvodima. Proces pranja je onda skoro isti ponavljanom frakcionisanju, koje je uobičajeno u tehnici destilacije. Takođe proces se naročito preporučuje, ako se početni proizvod sastoji iz raznih nizova proizvoda, čiji članovi imaju osobine, koje se međusobno ne razlikuju mnogo. Prvi agens za izvlačenje može se onda, na pr. upotrebiti da odvoji grupe homologa, dok se sa selektivnije dejstvujućim i često ekspanzivnijim agensom za izvlačenje operacija nastavlja sa manjom količinom.

nom početnog proizvoda, što je korisnije u pogledu malih količina, koje traži druga pomoćna tečnost.

Uz to ponavljanje izvlačenja sa istom pomoćnom tečnošću — na različitom temperaturskom nivou — daje često dobre rezultate.

Gornje se može objasniti dalje sledećim primerom, kojim ovaj postupak nije ograničen.

U stub visok 10 m uvode se na svaki dm<sup>2</sup> poprečnog preseka i na jedan čas = pri dnu 20 l alkohola 96% jačine, ispod sredine 6 l mazivnog uljnog destilata, a pri vrhu 6 l ulja, koje je dobiveno iz rastvora (o kome će biti reči) i koje otiče pri vrhu.

Pri dnu oko 4 l destilata odvode se (za jedno sa nešto alkohola, koji je rastvoren u njemu) a pri vrhu oko 8 l ekstrakta rastvorenog u ostalom alkoholu (oko 20 l).

6 l ovog ekstrakta ponovo se uvode u stub pri vrhu da bi se dobilo željeno oticanje (refluks). Ovo se može postići bilo intenzivnim hlađenjem rastvora u hlađenju pri vrhu stuba ili koncentrisanjem rastvora van aparata. Pomenuti ekstrakt onda sa-

drži samo mali procenat nesulfonirajućih ugljovodonika. Temperatura pri vrhu je 120° C, pri dnu 150° C a pri upustu ulja oko 140° C. Jasno je, da se pritisak mora primeniti, da bi se agens za izvlačenje održao u tečnom stanju.

Jasno je da se postupak po pronalasku može primeniti na sve vrste izvlačenja.

Na pr. moguće je, po pronalasku, izvlačiti fenol iz tečnosti pomoću alkohola, prečišćavati izolaciona ulja u cilju uklanjanja neželjenih primesa, pomoću na pr. isopropil alkohola, i rafinisati petroleumske destilate pomoću tečnog sumpor-dioksida.

#### **Patentni zahtev:**

Postupak za izradu čistih komponenata ili grupe komponenata iz smeše tečnosti obradom u protiv toku pomoću kakvog agensa za izvlačenje, pri čem se tekući rastvor ekstrakta u agensu za izvlačenje, obrazovanom za vreme izvlačenja, oslobojava rastvorene komponente ili komponente, naznačen time, što se rastvoru za vreme celog ili delimičnog procesa pranja daje što postupniji temperaturski gradient.





