



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 31.12.68 (P. 130966)

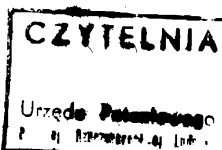
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 31.10.1977

MKP C07c 29/28

Int. Cl.²
C07C 29/28



Twórcy wynalazku: Bolesław Bachman, Stanisław Palma, Jerzy Surzec
Uprawniony z patentu: Łódzkie Zakłady Przemysłu Spirytusowego
„POLMOS”, Łódź (Polska)

Sposób otrzymywania alkoholi wyższych z produktów ubocznych powstających przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania alkoholi wyższych z olejów fuzlowych oraz frakcji propylowo-butyłowej uzyskiwanych oddzielnie jako produkty uboczne rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego.

Znane sposoby otrzymywania alkoholi wyższych polegają na odwodnieniu, a następnie rektyfikacji olejów fuzlowych.

Opisana w patencie Nr 45115 metoda otrzymywania alkoholi wyższych na drodze destylacji azeotropowej przy zastosowaniu benzenu jako środka azeotropującego wymaga dodatku dużych ilości etanolu, aby wystarczyło go do wytworzenia azeotropu trójskładnikowego benzen — etanol — woda, co poważnie ogranicza zdolność przerobową, zmniejsza wydajność procesu oraz decyduje o wysokim poziomie kosztów.

Metoda odwadniania i rozdzielania mieszaniny wyższych alkoholi znana z patentu Nr 26769 polega na odwodnieniu chlorkiem metylenu albo octanem etylu mieszaniny wyższych alkoholi zawartych w fuzlach i następnie rozdzieleniu ich w kolumnie rektyfikacyjnej. Niedogodnością tej metody jest konieczność stosowania dwóch cykli produkcyjnych odwadniającego i frakcjonującego.

Z uwagi na własności korodujące chlorku metylenu sposób ma ograniczone zastosowanie przemysłowe, zaś octan etylu posiada praktycznie bardzo niskie właściwości odwadniające.

2

Inna z metod opisana w publikacji K. Jarosza, R. Steina i K. Ziemborka — „Odwadnianie spirytusu” — PWT, 1953 r. dotyczy odwadniania spirytusu surowego i rektyfikacji, a nie produktów ubocznych procesu rektyfikacji — olejów fuzlowych i frakcji propylowo-butyłowej.

Sposób według wynalazku polega na tym, że alkohole wyższe otrzymuje się z produktów ubocznych powstających przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego poddając łącznie przerobowi oleje fuzlowe i frakcję propylowo-butyłową w takim stosunku w jakim otrzymuje się je przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego.

Oleje fuzlowe i frakcję propylowo-butyłową poddaje się odwodnieniu mieszaniną benzenu i benzyny o składzie dwie części benzenu i jedna część benzyny, a następnie rozfrakcjonowaniu w jednym zestawie aparaturowym. Do całkowitego odwodnienia wykorzystuje się jedynie etanol zawarty w olejach fuzlowych i frakcji propylowo-butyłowej. Etanol do odwodnienia wykorzystuje się w obiegu zamkniętym, zwracając do procesu azeotrop dwuskładnikowy etanol — woda, który uzyskuje się w dodatkowej kolumnie rektyfikacyjnej wzmacniającej.

Korzystną cechą, wynalazku jest możliwość prowadzenia procesu w sposób przemysłowy w jednym zestawie aparaturowym bez dodatku etanolu.

Metoda według wynalazku posiada przemysłowe

zastosowanie do produkcji alkoholi technicznych jak i odczynników o wysokim stopniu czystości.

Przykładowy sposób realizacji procesu według wynalazku wyjaśniono niżej z powołaniem się na rysunek, na którym przedstawiono zestaw aparatury do otrzymywania alkoholi wyższych z produktów ubocznych powstających przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego.

Przewodem 1 do aparatu periodycznego, złożonego z kuba A i kolumny B, wprowadzone zostają oleje fuzlowe i frakcje propylowo-butyłowe, w stosunku otrzymanym przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego, wraz z mieszaniną dwóch części benzenu i jednej części benzyny. Dostarczając przewodami 2 parę przegrzaną rozpoczyna się wygrzewanie aparatu, a następnie destylację.

W czasie destylacji najpierw destylują heteroazeotropy utworzone przez etanol — wodę — benzen — benzynę. Pary przedostają się przewodem 3 do deflegmatora D gdzie po części zostają skroplone i jako flegma wracają przewodem 4 do kolumny B. Nieskroplona część pary przechodzi przewodem 5 do skraplacza E gdzie następuje całkowite ich skroplenie. Przewodem 6 skropliny wpływają do rozdzielacza H₁ gdzie rozwarstwiają się i warstwa dolna przewodem 7 wpływa do rozdzielacza H₂ zaś górna przewodem 8 do kolumny B.

W rozdzielaczu H₂, po wprowadzeniu przewodem 9 wody celem wymycia środka odwadniającego, następuje ponowne rozwarstwienie i warstwa górna skierowana zostaje przewodem 8 do kolumny B, zaś warstwa dolna przewodem 10 do kolumny rektyfikacyjnej C. W kolumnie C, celem wzmocnienia rozcieńczonego spirytusu do mocy co najmniej 96°, przeprowadza się destylację doprowadzając do kolumny C parę przegrzaną przewodami 11. Pary z kolumny C kierowane są przewodem 12 do deflegmatora F gdzie ulegają częściowemu skropleniu i są zawracane do kolumny C przewodem 13. Część par nieskroplona przechodzi przewodem 14 do skraplacza G skąd spirytus o mocy co najmniej 96° zawracany jest przewodem

15 do kolumny B. Zawracanie spirytusu do kolumny B jest konieczne dla zachowania właściwego stosunku etanolu do wody co zezwala na wydzielenie wody w postaci heteroazeotrópów oraz usunięcia środka odwadniającego w postaci homoazeotrópów.

Homoazeotropy utworzone przez benzynę — benzen — etanol kierowane są do zbiornika przewodem 16 po schłodzeniu w skraplaczu E. Wskaźnikiem właściwego odwodnienia jest uzyskanie w destylacie spirytusu bezwodnego, który odprowadza się także przewodem 16. Po oddestylowaniu spirytusu bezwodnego destylują kolejno wyższe alkohole: n-propylowy, izo-butyłowy i alkohole amyłowe. Kierując wyższe alkohole przewodem 17 kolumny C po przeprowadzeniu destylacji i przejściu par przez deflegmator F oraz skraplacz G przewodem 18 odprowadza się ze skraplacza G alkohole wyższe o charakterze odczynników. Woda pozostała w kolumnie rektyfikacyjnej C odprowadzona zostaje przewodem 19.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania alkoholi wyższych z produktów ubocznych powstających przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego polegający na odwodnieniu produktów ubocznych mieszaniną benzenu i benzyny, **znamienny tym**, że odwodnieniu i rozfrakcjonowaniu poddaje się łącznie oleje fuzlowe i frakcję propylowo-butyłową w stosunku w jakim otrzymuje się je przy rektyfikacji spirytusu fermentacyjnego, przy czym do całkowitego odwodnienia wykorzystuje się jedynie etanol zawarty w olejach fuzlowych i frakcji propylowo-butyłowej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że etanol do procesu odwadniania wykorzystuje się w obiegu zamkniętym, zawracając do procesu dwuskładnikowy azeotrop etanol-woda, który uzyskuje się w dodatkowej kolumnie rektyfikacyjnej wznoszącej.

