

C10K 1/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIIS PATENTOWY

Nr 46358

Kl. 12 e, 3/01
Kl. internat. C 07 b

Fabryka Suchej Destylacji Drewna*)

Gryfino, Polska

Sposób wymywania substancji niskowrzących, zwłaszcza ketonów i estrów z gazów niekondensujących otrzymanych w procesie pirolizy drewna

Patent trwa od dnia 17 marca 1960 r.

Stosowanie wody jako absorbenta niskowrzących substancji organicznych, takich jak aldehyd octowy, ketony, estry, alkohole, najlżejsze oleje smołowe i kwasy znajdujące się w gazach niekondensujących otrzymywanych w czasie pirolizy drewna, nie zapewnia dostatecznego oddzielania wspomnianych produktów, ponieważ rozpuszczalność w wodzie wielu z nich jest ograniczona.

Znany jest również z polskiego opisu patentowego nr 2457 ciągły sposób wymywania par cieczy lotnych z mieszanin gazowych przez oddziaływanie na nie rozpuszczalnikami z grupy fenoli, np. mieszaninami krezoli.

Sposób ten uniemożliwia jednak uzyskanie w jednej kolumnie całkowitej absorpcji występujących w gazach w znacznym stężeniu — szczególnie w porze letniej niskowrzących substancji chemicznych zawartych w gazach niekondensujących, a zwłaszcza aldehydu octowego i ketonów.

Poza tym występujące w gazach niekondensujących kwasy i smoła zmniejszają zdolność absorbencyjną stosowanego rozpuszczalnika. Przejście smoły liściastej do rozpuszczalnika wymaga przed powtórным wprowadzeniem go do obiegu innego sposobu rektyfikacji niż podane w wyżej wymienionym opisie patentowym. Wyeliminowanie smoły z rozpuszczalnika jest niezbędne, gdyż stopniowo wzrastająca zawartość jej w absorbencie uniemożliwia proces wymywania.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są: mgr inż. Stanisław Hulisz, mgr inż. Zdzisław Czechowski i inż. Janina Hulisz.

Stwierdzono że można uniknąć omówionych wyżej trudności, jeżeli jako rozpuszczalnik w procesie wymywania substancji niskowrzących z gazów niekondensujących stosuje się oleje o temperaturze wrzenia 200—280°C pochodzące z pirolizy drewna o składzie 90% buka, 7% brzozy i 3% grabu, przy czym proces wymywania prowadzi się kolejno w dwóch kolumnach z wypełnieniem.

Sposób według wynalazku polega na przeprowadzeniu gazów niekondensujących kolejno przez dwie kolumny absorbcyjne, w których gazy stykają się w przeciwnym kierunku z opisanymi wyżej olejami.

Celem pełnego wykorzystania zdolności absorbcyjnych oleju daną jego porcję poddaje się wielokrotnemu kontaktowi z gazem, aż do osiągnięcia odpowiedniego stężenia rozpuszczonych substancji. Olej spływający z kolumny jest więc zwracany znów do kolumny przez zbiornik pośredni i pompę. Gdy olej osiągnie odpowiedni stan nasycenia, kieruje się go do destylacji, zaś układ cyrkulacyjny kolumny napełnia się świeżym olejem. Każda z kolumn absorbcyjnych posiada własny układ cyrkulacyjny tak, że dana porcja oleju styka się z gazem tylko w jednej kolumnie.

Oddzielanie zaabsorbowanych substancji od oleju osiąga się przez destylację frakcyjną. Odzyskany olej kieruje się ponownie do kolumn absorbcyjnych. Sposób według wynalazku opisany jest dokładniej w poniższym przykładzie:

Przykład: Oleje z drewna liściastego, stosowane jako rozpuszczalnik substancji organicznych zawartych w gazach niekondensujących, charakteryzowały się temperaturą wrzenia od 200 do 280°C, gęstością 1,074 — 1,081 g/ml i lepkością 2,06 — 2,19^E w 20°C. Gazy przed absorbcją zawierały:

CO ₂	— 31,8%
CO	— 33,6%
CH ₄	— 8,5%
C ₂ H ₄	— 0,7%
H ₂	— 0,1%
H ₂ O	— 0,8%

substancji nieorganicznych — 4,5%

Urządzenie do absorbcji składało się z dwóch zespołów aparatów a mianowicie: z aparatury absorbcyjnej i z aparatury rektyfikacyjnej do olejów.

Aparatura absorbcyjna składała się z dwóch zbiorników absorbenta, z 2 kolumn absorbcyjnych o wysokości 10 m i średnicy 0,4 m

wypełnionych pierścieniami Raschiga o wymiarach 25×25 mm, ekshaustera gazów o ssaniu wynoszącym 350 mm słupa wody oraz 2 pomp do olejów o wydajności 300 l/godz.

Aparat rektyfikacyjny składał się z kotła destylacyjnego o pojemności około 3,5 m³, kolumny rektyfikacyjnej z wypełnieniem pierścieniami Raschiga o wysokości 7 m, średnicy 0,5 m, deflegmatora rurkowego o powierzchni deflegmacji 7 m², chłodnicy rurkowej o powierzchni chłodzenia 20 m² i odbieralników poszczególnych produktów frakcjonowanej destylacji.

Liniovą szybkość przepływu gazu uzyskana dzięki ssaniu ekshaustora wynosiła 0,4 m/sek. a szybkość przepływu oleju około 3 l/min. W każdym układzie cyrkulacyjnym znajdowało się w obiegu około 90 kg olejów.

Czas krążenia jednej partii olejów przy pirolizie około 200 m³ drewna na dobę w pierwszej kolumnie wynosił około 1 godz., a w drugiej około 1,5 godz. Absorbcja przebiegała w temperaturze pokojowej.

Gazy niekondensujące po procesie wymywania zawierały około 0,07—0,15% substancji organicznych. Olej wycofany z układu cyrkulacyjnego przekazywany był do aparatury rektyfikacyjnej i poddawany periodycznej destylacji frakcyjnej.

W pierwszej fazie procesu ogrzewania prowadzone powoli celem oddestylowania z absorbenta aldehydu octowego, estrów, ketonów, alkoholi i najlżejszych olejów. Odbierano przy tym frakcję o zakresie temperatur wrzenia od 21—90°C.

Temperatura oparów opuszczających deflegmator stopniowo wzrastała do 90°C. W temperaturze tej, gdy zmniejszył się wypływ destylatu, przerywano odbieranie frakcji zwanej spirytusową.

Następnie zwiększano ogrzewanie a temperaturę deflegmatora podniosła się stopniowo do 130°C. Jednocześnie odbierano frakcję zwaną wodno-kwasową. W tej fazie procesu następowało zasadnicze odwodnienie olejów oraz pozabawienie ich większości kwasów tłuszczowych, a szczególnie kwasów mrówkowego i octowego.

W trzecim etapie procesu destylacji frakcyjnej odbierano substancje wrzące w zakresie temperatur 130—200°C. Zasadniczymi składnikami tej frakcji były oleje lekkie i średnie.

Po odebraniu trzeciej frakcji zmierzono areometrem gęstość pozostałości poddestylacyjnej i ponieważ odpowiadała ona wymogom absor-

benta, po schłodzeniu frakcję przekazano do ponownej absorbcji. Nagromadzenie jednak po pewnym czasie w absorbcencie znacznej ilości smoły liściastej zmienia charakterystykę techniczną rozpuszczalnika i dlatego też celem dalszego zużytkowania go do absorbcji należało

pozostałość rozdestylować, a frakcję olejów o zakresie wrzenia 200—280°C przekazać do cyrkulacyjnego układu absorbcyjnego.

Chemiczny skład frakcji przedstawiono w poniższej tabeli.

Nazwa frakcji	Udział poszczegół. frakcji %	Z a w a r t o ś ć w %								
		aldehyd octowy	ketony	estry	alkohole	furan	syłwan	oleje	kwasy tłuszczowe	woda
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Spirytusowa	60	10	10	30	10	8	25	7	ślady	ślady
Wodno-kwasowa	23	—	—	1,5	2	—	17	12	5,6	61,9
Olejowa	17	—	—	—	—	—	14	69,2	1,5	14,9

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wmywania substancji niskowrzących, zwłaszcza ketonów i estrów z gazów niekondensujących otrzymanych przy pirolizie drewna, znamieny tym, że jako rozpuszczalnik stosuje się oleje o temperaturze wrzenia 200—280°C otrzymane przez pirolizę drewna o składzie gatunkowym 90% buka, 7% brzozy i 3% grabu, przy czym proces wmywania prowadzi się kolejno w dwóch kolumnach z wypełnieniem, a oleje nasyczone wmywanymi substancjami poddaje się destylacji frakcjonowanej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że częściowo nasycony wmywanymi substancjami olej, odpływający z każdej z kolumn poddaje się ponownemu zetknięciu z gazem w tej samej kolumnie bez oddzielenia od oleju pochłoniętych substancji, przy czym postępuje się tak wielokrotnie, aż stężenie substancji pochłoniętych przez olej osiągnie odpowiednią wysoką wartość.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym że oleje po oddestylowaniu pochłoniętych substancji stosuje się ponownie do absorbcji.

Fabryka Suche Destylacji Drewna