

Vynález se týká způsobu odvodnění etylalkoholu azeotropickou destilací za přítomnosti benzenu a zařízení k provádění tohoto způsobu.

Pro odvodnění etylalkoholu, který je možno rektifikací zakonzentrovat ekonomicky jen na cca 96 % obj., se používají průmyslově tyto metody:

- a) odvodňování tuhými látkami, především kysličníkem vápenatým
- b) extraktivní destilace, např. s roztokem solí (octan sodno-draselný)
- c) azeotropická destilace.

Odvodňování etanolu vápnem se používá pro výrobu produktu zvlášť vysoké čistoty, např. pro medicínské účely. Extraktivní destilace je používána dosti zřídka.

Nejrozšířenější metodou odvodnění etylalkoholu je azeotropická destilace, využívající skutečnosti, že etylalkohol, voda a některé látky (azeotropní činidla) tvoří ternární azeotropické směsi o nižším bodu varu než má kterákoliv z čistých složek. Poměr obsahu vody a etylalkoholu v této směsi je vyšší než v původní směsi vody s etylalkoholem, použité jako suroviny pro odvodnění. Je tak možno získat bezvodý etylalkohol jako destilační zbytek po oddestilování ternárního azeotropu.

Jako azeotropní činidlo je prakticky používán benzen, směs benzenu s benzínem (ideálně heptanem) a trichloretylén. V poslední době bylo popsáno použití pentanu jako azeotropního činidla, výhodou tohoto postupu je vyšší čistota produkovaného bezvodého etylalkoholu.

V průmyslové praxi se využívá řada modifikací schémat zařízení pro odvodnění etylalkoholu azeotropickou destilací, především s benzenem a benzen-benzínovou směsí. Použití trichloretylénu je dosti vyjimečné.

Všechny dosavadní způsoby azeotropické destilace pracují v podstatě podle následujícího principu. Surovina, kterou je etylalkohol o koncentraci cca 96 % obj., zbytek je převážně voda, je zaváděna do azeotropické kolony, ve které probíhá odvodnění azeotropickou destilací například s benzenem. Ze spodku této kolony je odebírán odvodněný etylalkohol, v hlavě kolony proudí páry o složení blízkém ternárnímu azeotropu. Tyto páry jsou zaváděny do dvou kondenzačních systémů. Z prvního je všechna kondenzát vrácen na hlavu azeotropické kolony. Kondenzát z druhého systému vstupuje do děličky, kde se rozpadne na dvě kapalné fáze. Organická fáze se vrací zpět do azeotropické kolony, vodná fáze je nastříkována na hlavu první regenerační kolony, která slouží k oddestilování benzenu. Páry z hlavy první regenerační kolony jsou zaváděny do kondenzačního systému azeotropické kolony. Zbytek z první regenerační kolony je zaváděn do druhé regenerační kolony, ve které je oddělen etylalkohol, vrácený do nástřiku azeotropické kolony, od odpadní vody.

Charakteristickými znaky popsaného zařízení, běžně používaného pro odvodňování etylalkoholu azeotropickou destilací jsou:

- a) malé stavební výška kolon, omezující počet použitých destilačních pater. Nejvyšší použitý počet kloboučkových pater v azeotropické koloně popsaného schématu je rovný 48;
- b) první regenerační kolona nemá destilační patra nad místem přívodu nástřiku
- c) regenerace užitečných složek, etylalkoholu, benzenu, se provádí ve dvou destilačních kolonách.

Nevýhodou dosud známých způsobů používajících benzen nebo benzen-benzínových směsí je značná spotřeba energie, zejména páry. Nevýhodou způsobu používajícího chlorovaných uhlovodíků je možnost znečištění etanolu chlorem, vzniklým rozkladem chlorovaných uhlovodíků během procesu.

Tyto nevýhody jsou odstraněny způsobem odvodnění etylalkoholu azeotropickou destilací benzenem podle vynálezu.

Podstatou způsobu podle vynálezu je, že se destilát z druhého destilačního stupně vrací do nástřiku prvního destilačního stupně, přičemž se obsah vody ve vráceném destilátu udržuje na maximálně 8 % hmotnostních. Způsob lze provozovat i tak, že nejméně z části destilátu druhého destilačního stupně jsou vodou vypírány nahromaděné nečistoty kapalinovou extrakcí a že vodný extrakt z praní destilátu se případně používá pro výrobu etanolu technické kvality. Způsob podle vynálezu se provozuje na zařízení podle vynálezu, jehož podstatou je, že sestává z azeotropické kolony, regenerační kolony a dělicí nádrže, přičemž regenerační kolona je potrubím pro odvod zkondenzovaného destilátu spojena s nástřikem azeotropické kolony a dělicí nádrž je potrubím pro odvod vodné vrstvy spojena s nástřikem regenerační kolony. Zařízení podle vynálezu může být vytvořeno i tak, že z potrubí pro odvod destilátu z regenerační kolony je vyvedena větev do extraktoru a extraktor je potrubím pro odvod extrahovaného benzenu spojen s dělicí nádrží.

Způsob a zařízení podle vynálezu umožňuje proti stávajícím benzenovým způsobům až 15 % úsporu energie a proti způsobům používajícím chlorované uhlovodíky má tu výhodu, že nenastává znečištění zkoncentrovaného produktu.

Na připojeném výkresu je znázorněn příklad provedení zařízení podle vynálezu. Azeotropická kolona 1, opatřená vařákem 12, s cirkulačním potrubím 121, nástřikem 14 suroviny přes výměník 11, dvěma paralelními kondenzátory 15, 16 je spojena jednak potrubím 31 pro vrácení organické vrstvy a dělicí nádrží 3 a jednak potrubím 25 pro odvod destilátu z regenerační kolony 2. Potrubí 17 pro odvod destilátu z hlavy azeotropické kolony 1 se rozvětňuje na 2 větve 171, 172 pro kondenzátory 15 a 16. Do dělicí nádrže 3 je vyústěno jednak potrubí 43 pro odvod extrahovaného benzenu z extraktoru 4, jednak potrubí 33 pro přívod čerstvého benzenu. Dělicí nádržka 3 je na spodní části opatřena potrubím 32, vedoucím do nástřiku regenerační kolony 2. Regenerační kolona 2 je opatřena vařákem 21 a cirkulačním okruhem 211 a odtahem vody 27 z paty kolony. Hlava regenerační kolony 2 je opatřena potrubím 23 pro odvod destilátu do kondenzátoru 22. Potrubí 23 se za kondenzátorem 22 větví na 3 větve. Větví 24 se část kondenzátu vrací jako zpětný tok do hlavy regenerační kolony 2, větví 26 se část kondenzátu přivádí do extraktoru 4 a větví 25 se část kondenzátu přivádí do nástřiku azeotropické kolony 1. Extraktor 4 je opatřen potrubím 42 pro přívod vody, potrubím 43 pro odvod extrahovaného benzenu do dělicí nádrže 3 a na spodu potrubím 44 pro odvod extraktu.

Potrubím 13 se z paty azeotropické kolony 1 odvádí produkt přes výměník 11. Zařízení podle vynálezu pracuje takto:

Surovina, kterou je etylalkohol o koncentraci cca 96 % obj., je do zařízení přiváděna potrubím 14. Po smíšení s recyklem 25 z regeneračního stupně 2 a předehřátí ve výměníku 11 vstupuje na nástřikové patro prvního destilačního stupně, tj. kolony azeotropické destilace 1. Jako destilační zbytek vystupuje ze spodku kolony potrubím 13 odvodněný etylalkohol. Teplo je do kolony přiváděno ve vařáku 12. Páry vystupující z hlavy kolony 1, které mají složení blízké složení ternární azeotropické směsi (18,5 % hmot. etylalkoholu, 74,1 % hmot. benzenu, 7,4 % hmot. vody) jsou potrubím 17, 171 a 172 zaváděny do dvou paralelních kondenzátorů 15 a 16. Kapalina, zkondenzovaná v kondenzátoru 15 je všechna vrácena jako zpětný tok na horní patro azeotropické kolony 1. Kapalina, zkondenzovaná ve druhém kondenzátoru 16, je zaváděna do dělicí nádrže 3, ve které se rozdělí na organickou a vodnou fázi. Organická fáze je potrubím 31 přiváděna ke zpětnému toku, vytvořenému v kondenzátoru 15, zatímco vodná fáze je nástřikována potrubím 32 do druhého destilačního stupně, tj. regenerační kolony 2. Kolona je vybavena vařákem 21 a kondenzátorem 22. Její účinnost a pracovní režim jsou voleny tak, že v destilátu, zaváděném potrubím 25 zpět na první destilační kolonu 1 je udržována koncentrace vody nejvýše 8 % hmot.

Část destilátu regenerační kolony 2 je odebírána potrubím 26 do extraktoru 4, kde jsou

z ní vodou vyprány nečistoty. Organický rafinát (benzen) je zaváděn do děličky 3 potrubím 43, vodný extrakt je odváděn mimo jednotku potrubím 44 a může být zpracován na zařízení pro výrobu technického lihu.

Do systému je doplňován benzen potrubím 33, aby tak byly kryty jeho ztráty.

Voda je odváděna z jednotky potrubím 27 ze spodku regenerační kolony 2 do sběrného systému odpadních vod.

P ř í k l a d

Etylalkohol o vstupní koncentraci 96 % obj. (93,8 % hmot.) je odvodňován způsobem podle vynálezu při použití technologického schématu podle připojeného výkresu. Destilační stupně jsou tvořeny kolonami o těchto základních charakteristikách:

a) kolona azeotropické destilace 1

počet skutečných destilačních pater:	65
nástřikové patro:	10. shora
průměr průtoků do kondenzátorů <u>15</u> a <u>16</u> :	$R' = 1,5$

b) kolona regenerační 2

počet skutečných destilačních pater:	30
nástřikové patro:	16. shora
refluxní poměr:	$R = 1,5$

Jako produkt je získáván bezvodý etylalkohol, obsahující max. 0,2 % hmot. vody a max. 0,1 % hmot. benzenu.

Spotřeba topné páry o tlaku 0,35 MPa přitom činí 1 380 kg/t produktu ve srovnání se spotřebou 1 710 kg/t produktu při použití klasického schématu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob odvodnění etylalkoholu azeotropickou destilací s benzenem, prováděný ve dvou destilačních stupních, z nichž první slouží k vlastní azeotropické destilaci v tříložkovém systému etylalkohol-benzen-voda a druhý k regeneraci etylalkoholu a benzenu z vodné fáze destilátu prvního stupně, vyznačený tím, že se destilát z druhého destilačního stupně vrací do nástřiku prvního destilačního stupně, přičemž obsah vody ve vráceném destilátu se udržuje na maximálně 8 % hmotnostních.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že alespoň z 10 % objemu destilátu druhého destilačního stupně jsou vodou vypírány nahromaděné nečistoty kapalinovou extrakcí.

3. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, vyznačené tím, že sestává z azeotropické kolony (1), regenerační kolony (2) a dělicí nádrže (3), přičemž regenerační kolona (2) je potrubím (25) pro odvod zkoncentrovaného destilátu spojena s nástřikem azeotropické kolony (1) a dělicí nádrží (3) je potrubím (32) pro odvod vodné vrstvy spojena s nástřikem regenerační kolony (2).

4. Zařízení podle bodu 3, vyznačené tím, že z potrubí (25) pro odvod zkondenzovaného destilátu z regenerační kolony (2) je odvětveno potrubí (26), ústící do extraktoru (4) a extraktor (4) je potrubím (43) pro odvod extrahovaného benzenu spojen s dělicí nádrží (3).

1 list výkresů

