

URZĄD PATENTOWY



C 127 1/08

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22973.

Kl. 6 b, 23.

Société des Établissements Barbet
(Paryż, Francja).

**Urządzenie do ciągłej i bezpośredniej destylacji oraz rektyfikacji
brzeczek, zawierających aceton, alkohol etylowy i alkohol butylowy.**

Zgłoszono 28 listopada 1933 r.

Udzielono 19 marca 1936 r.

Pierwszeństwo: 1 grudnia 1932 r. (Francja).

Pod działaniem pewnych fermentów butylowych z materiałów skrobiowych lub cukrowych wytwarzają się przefermentowane brzeczki, zawierające jednocześnie aceton, nieco etanolu i wreszcie dużą ilość butanolu.

Urządzenie, opisane poniżej, umożliwia odpędzanie i oczyszczanie tych trzech substancji bezpośrednio z brzeczki przefermentowanej, t. j. bez destylacji wstępnej.

Na rysunku przedstawiono schematycznie urządzenie według wynalazku niniejszego.

Brzeczka, zasysana zapomocą pompy

odpowiedniego typu (nieprzedstawionej na rysunku), tłoczy się przez przewód 1 do węzownicy, umieszczonej w podgrzewaczu *D*. Brzeczka ogrzewa się w węzownicy do temperatury par acetonu, lecz nie może być ogrzana powyżej temperatury 48 — 50°C. Przewodem 2 spływa ona znów nadół, aby się ogrzać znacznie silniej w odzyskiwaczu *C*, do którego odprowadza się wywar, całkowicie pozbawiony trzech wymienionych składników. Wywar ten odprowadza się w temperaturze mniej więcej 104°C, dzięki czemu brzeczka uzyskuje temperaturę znacznie wyższą od punktu wrzenia acetonu (58°C).

Brzeczka, w ten sposób przygotowana do doskonałego wyczerpania acetonu, wznosi się przewodem 3 do kolumny A_1 , posiadającej pewną liczbę półek, dostateczną do zapewnienia całkowitego wyczerpania acetonu z brzeczki.

Wywiązujące się pary acetonowane rektyfikuje się w kolumnie B z półkami, dzięki spływowi powrotnemu z podgrzewacza D oraz skraplaczy-chłodnic E , E_1 . Otrzymuje się aceton odwodniony, lecz zawierający jeszcze małą ilość aldehydów, które należy oddzielić. W tym celu wszystkie ciecze, skroplone w wymiennicy ciepła D oraz w skraplaczach E , E_1 , kieruje się zpowrotem do wierzchołka kolumny B przez przewody 4 i 5, aby je tam pasteryzować. O kilka półek niżej odciąga się ciecze te w stanie czystym przez kurek 6, następnie oziębia je w chłodnicy R i odprowadza przez naczynie probiercze 7.

Aby nie tracić acetonu wprowadza się resztę gazów i par, uchodzących u dołu chłodnicy E_1 , do małej płótki F z wodą, w której one się rozpuszczają, a powstały roztwór wodny, zawierający tę resztę acetonu, kieruje się przewodem 8 na dolne półki kolumny rektyfikacyjnej B .

Tak przedstawia się całkowity przebieg destylacji i rektyfikacji acetonu.

Brzeczka, pozbawiona acetonu, spływa następnie na dolne półki kolumny A , na których brzeczka zostaje pozbawiona etanolu i butanolu. Pary, wywiązujące się w górnej części półek kolumny A , rozdzielają się na dwie części: pierwsza z nich, jak to będzie uwidocznione, wznosi się na półki kolumny A_1 oraz B w celu uskutecznienia destylacji i rektyfikacji acetonu, a druga część kieruje się przewodem 10 na dół kolumny G , przeznaczonej do rektyfikacji etanolu i całkowitego oddzielenia go od butanolu klasycznym sposobem rektyfikacji ciągłej Barbet'a, polegającym na tem, że ze skraplacza-chłodnicy H wprowadza się do kolumny G skropliny, nie-

zbędne do otrzymania 96 — 97%-owego alkoholu. Małą część destylatu, zwaną niepasteryzowaną, zawierającą pewne ślady acetonu, kieruje się przewodem 11 na dolne półki kolumny B , podczas gdy całość spływa zpowrotem z wierzchołka kolumny G .

O kilka półek niżej przez kurek 12 odciąga się w stanie ciekłym czysty alkohol pasteryzowany, który oziębia się w chłodnicy J i odprowadza przez naczynie probiercze 13.

Ponieważ butanol pomimo punktu azeotropowego, jaki posiada w obecności wody, wrze w temperaturze znacznie wyższej, niż alkohol, więc spływa on w całości do podstawy kolumny G . Odprowadza się go przez przewód 14, a dzięki temu, że jest on całkowicie pozbawiony alkoholu etylowego oraz jest mało rozpuszczalny w wodzie, przeprowadza się go do dekantownika 1. Dekantację uskutecznia się jeszcze lepiej, jeżeli zastosuje się uprzednio chłodnicę S . Pozostałości wodne z kolumny G kieruje się na półki kolumny A .

W dekantowniku 1 tworzą się natychmiast dwie warstwy. Warstwa górna, odpływająca przez naczynie probiercze 15, stanowi uwodniony alkohol butylowy, zawierający około 83 — 80% butanolu, co przekracza jego punkt azeotropowy, który wykazuje mieszanina, zawierająca 63% butanolu i 37% wody. Otóż od chwili przekroczenia tego punktu azeotropowego ciecz ta podlega ogólnemu prawu dla wszystkich ciał azeotropowych: przez ostatnią kolumnę półkową otrzymuje się parę, odpowiadającą punktowi azeotropowemu (63%), wrzącą w $92,7^{\circ}\text{C}$, t. j. w punkcie niższym od punktu wrzenia ciała bardziej lotnego, czyli wody.

W ten sposób ze szczytu kolumny K wypływa mieszanina par, zawierająca prawie wszystką wodę, alkohol butylowy, a niekiedy również i ślady alkoholu etylowego, przyczem pary te skraplają się w

chłodnicy *M*. Spływ do kolumny *K* nie jest potrzebny. Część skroplonej cieczy powraca do kolumny *G* na piętro, odpowiadające w przybliżeniu zawartości 63% alkoholu butylowego, drugą zaś część odprowadza się do dekantownika *I*. Gdyby przeto pozostały tam jakieś ślady alkoholu etylowego, zostałby on usunięty ostatecznie w kolumnie *G*.

Wzamian za to butanol odwadnia się coraz bardziej, spływając po półkach *K*, i staje się zupełnie bezwodny po dojściu do podstawy kolumny, skąd go się odprowadza w postaci par przewodem *16* oraz skrapla i oziębia w chłodnicy *N*, skąd spływa on do naczynia probierczego *17*.

W przypadku, gdy uwodniony alkohol butylowy, zasilający tę kolumnę, zawiera nieco kwasu masłowego, należy alkohol ten przed wejściem do kolumny *K* wprowadzić do zbiornika *P*, zawierającego bądź kredę, bądź też zasady żrące, w celu wytworzenia maślanu stałego. Alkohol butylowy, pobierany z naczynia probierczego *17*, będzie więc nietylko bezwodny, lecz zupełnie czysty.

Jest rzeczą oczywistą, że praca kolumn jest ciągła dzięki zastosowaniu regulatorów pary *T* i *T*₁.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Urządzenie do ciągłej i bezpośredniej destylacji oraz rektyfikacji brzeczek, zawierających aceton, alkohol etylowy i alkohol butylowy, znamienne tem, że posiada kolumnę destylacyjną (*A*, *A'*), do której doprowadza się podgrzane brzeczkę, składającą się z dwóch części o rozmaitej sprawności, umieszczonych jedna nad drugą, z których w części górnej (*A'*) podtrzymuje się umiarkowane wrzenie w celu oddzielenia tylko składników najlżejszych, a zwłaszcza wszystkiego acetonu, gdy część dolna (*A*), oddając część tylko własnych swych par do ogrzewania części

górnej (*A'*), zapewnia odciągnięcie z zacieru alkoholu etylowego i alkoholu butylowego, następnie kolumnę rektyfikacyjną (*B*), zaopatrzoną w zwykły osprzęt, jak podgrzewacz, skraplacz i chłodnice, w której oczyszcza się aceton zanieczyszczony, pochodzący z części górnej kolumny (*A'*), i z której aceton czysty odciąga się przez naczynie probiercze (*7*), kolumnę rektyfikacyjną (*G*) ze skraplaczem-chłodnicą, w której zachodzi oddzielanie się alkoholu etylowego od alkoholu butylowego, doprowadzanych w stanie pary z dolnej części (*A*) kolumny destylacyjnej, przy czem oczyszczony, wysokostopniowy alkohol etylowy odciąga się przez naczynie probiercze (*13*), naczynie dekantacyjne (*1*), do którego doprowadza się z części środkowej kolumny (*G*) ochłodzoną uprzednio mieszaninę alkoholu butylowego i wody i w którym alkohol butylowy oddziela się od wody, i wreszcie kolumnę destylacyjną (*K*), z której alkohol butylowy, dopływający z naczynia dekantacyjnego (*1*), pobiera się w stanie pary bezwodnej i po przepuszczeniu jej przez skraplacz-chłodnicę odciąga się przez naczynie probiercze (*17*), przy czem mieszaninę pary wodnej i alkoholu butylowego pobiera się z części górnej kolumny (*K*) i mieszaninę tę po skropleniu odprowadza z powrotem częściowo do naczynia dekantacyjnego (*1*), częściowo zaś do kolumny rektyfikacyjnej (*G*), umieszczonej przed naczyniem dekantacyjnym.

2. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tem, że poza chłodnicą (*E*, *E'*) kolumny (*B*) do oczyszczania acetonu posiada płóćkę (*F*) z wodą, w której rozpuszczają się ślady nieskroplonego acetonu i z której powstały roztwór wodny acetonu wprowadza się zpowrotem do kolumny rektyfikacyjnej (*B*).

3. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tem, że skraplacz (*M*) kolumny rektyfikacyjnej (*K*) jest połączony z ko-

lumną (*G*), skraplacz zaś (*H*) kolumny (*G*) — z kolumną (*B*), wskutek czego produkty niepasteryzowane, pobierane z górnej części każdej z kolumn rektyfikacyjnych, wracają do kolumny poprzedzającej w celu powtórnego ich oczyszczenia.

4. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tem, że część dolna kolumny (*B*) i kolumny (*G*) są połączone z kolumną (*AA'*) bezpośrednio, część zaś dolna naczynia dekantacyjnego (*I*) jest połączona z tą kolumną poprzez odzyskiwacz (*C*), dzięki czemu woda odpadkowa z obu tych kolumn (*B*, *G*) oraz odciek z naczynia dekantacyjnego (*I*) są doprowadzane z po-

wrotem do kolumny (*A, A'*) po ogrzaniu w odzyskiwaczu (*C*).

5. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tem, że pomiędzy naczyniem dekantacyjnem (*I*) i kolumną (*K*) do oczyszczania butanolu posiada zbiornik (*P*), napełniony cieczą alkaliczną, który zatrzymuje kwas masłowy, jaki mógłby się znaleźć w butanolu, doprowadzanym z naczynia dekantacyjnego.

Société des Établissements

Barbet.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

