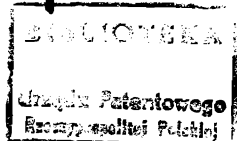


Warszawa, dnia 7 października 1953 r.

C12f 1/02



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35349

Kl. 6b, 26/10

Główny Instytut Chemii Przemysłowej *)

(Warszawa, Polska)

Sposób przyrządzania mieszaniny benzenowo-benzynowej do azeotropowego odwadniania alkoholu

Udzielono patentu z mocą od dnia 24 listopada 1951 r.

Dotychczas nie znano żadnych zasad przyrządzania mieszanin, nadających się do azeotropowego odwadniania alkoholu, nie znano również zjawisk zachodzących w kolumnie destylacyjnej; dlatego też posługiwano się wyłącznie wskazówkami empirycznymi. Np. Guinot w r. 1924 zgłosił patent na użycie do azeotropowego odwadniania alkoholu mieszaniny, złożonej z benzenu i frakcji benzyny destylującej w temperaturze 101 — 102° C. Stwierdzono obecnie, że węglowodory o wymienionej temperaturze wrzenia nie nadają się do celów odwadniania. Stwierdzono również, że odwadnianie alkoholu za pomocą mieszaniny benzenowo-benzynowej polega na tworzeniu się azeotropów czteroskładnikowych, złożonych z benzenu, etanolu, wody oraz poszczególnych przedstawicieli węglowodorów

parafinowych i naftenowych o temperaturach wrzenia 66 — 99° C. Ani więc Guinot, ani inni badacze nie podali opisu sposobu racjonalnego przyrządzania mieszanin benzenowo-benzynowych nadających się do odwadniania alkoholu. Stwierdzono obecnie, że mieszanina benzenowo-benzynowa powinna posiadać w swym składzie wyłącznie węglowodory zdolne do tworzenia azeotropów czteroskładnikowych z trzema wyżej wymienionymi substancjami. Stwierdzono również, że w miarę jak się zawraca do obiegu mieszaninę benzenowo-benzynową, z mieszaniny tej wydalone są automatycznie te wszystkie składniki, które są niezdolne do tworzenia czteroskładnikowych azeotropów. Istotnie, wszystkie wyżej wrzące składniki pozostają w produkcie odbieranym z dolnej części kolumny o działaniu ciągłym. To samoudoskonalenie się czynnika azeotropowego powinno być wyzyskane już przy przyrządzaniu mieszaniny azeotropującej. Istota więc wynalazku polega na stosowaniu takiego sposobu

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są Wojciech Świętosławski, T. Gruberski i Kazimierz Zięborak w Warszawie.

otrzymywania czynnika azeotropującego, który doprowadza do tego, że czynnik ten jest przystosowany do swej pracy i nie zawiera składników, które są nieczyste lub które są szkodliwe, gdyż zanieczyszczają odwodniony etanol.

Poniżej podano przykład przyrządzania mieszaniny azeotropującej, nadającej się do odwadniania alkoholu.

Przypuśćmy, że do przyrządzania mieszaniny odwadniającej użyjemy benzyny destylującej w temperaturze 80° — 120° C. Stwierdzono, że benzyna ta zawiera węglowodory zdolne do wytworzenia czteroskładnikowych azeotropów z etanolem, benzenem i wodą. Poza tym we frakcji tej znajdują się również inne wyższe węglowodory, które są dla procesu odwadniania etanolu szkodliwe. Nie bacząc na to, miesza się tę frakcję benzyny z odpowiednią ilością benzenu, dodaje do mieszaniny etanolu oraz wody w pewnym nadmiarze i używa jej do zasilania kolumny destylacyjnej o działaniu ciągłym. Urządzenie używane do odwadniania alkoholu może służyć do tego celu. W wyniku destylacji, u góry kolumny, otrzymuje się mieszaninę azeotropów czteroskładnikowych, utworzonych z benzenu, etanolu, wody oraz poszczególnych węglowodorów zdolnych do tworzenia takich azeotropów, u dołu zaś kolumny zbiera się frakcję węglowodorów niezdolnych do tworzenia czteroskładnikowych azeotropów. Jeżeli użyto w nadmiarze etanolu i wody, wówczas oprócz węglowodorów w dolnej części kolumny zbiera się mieszaninę wspomnianych węglowodorów z etanolem i wodą. Obliczenie należy wykonać w ten sposób, aby nie zabrakło benzenu do utworzenia azeotropów czteroskładnikowych. Jeżeli dla jakichkolwiek powodów trzeba użyć pewnego nadmiaru benzenu, to w odbieralniku znajdzie się mieszanina, zawierająca obok czteroskładnikowych azeotropów pewną ilość trójskładnikowego azeotrofu: benzen, etanol, woda, którego temperatura wrzenia wynosi $64,86^{\circ}$ C i jest temperaturą graniczną, a więc nieco wyższą od temperatur wrzenia najwyższych wrzących azeotropów czteroskładnikowych. Zwiększenie zbyt zawartości benzenu może okazać się nieogodnie ze względu na pogarszającą się zdolność rozwarstwiania się faz w odbieralniku.

Gdyby benzyna zawierała zbyt dużo węglowodorów niższych wrzących, z których część nie mogłaby tworzyć azeotropów czteroskładnikowych, a część tworzyłaby je, lecz zawartość w nich wody byłaby za mała, wówczas podczas destylacji można byłoby z łatwością usunąć poprzez

deflegmator niższe wrzące azeotropy trójskładnikowe i czteroskładnikowe, tak że przyrządzanie mieszaniny odwadniającej alkohol sprowadzałoby się zawsze tylko do jednej operacji.

Jeżeli w odbieranej mieszaninie z dolnej części aparatu destylacyjnego węglowodory zawierają za dużo etanolu, wypłukanie z niej etanolu za pomocą wody nie następuje żadnych trudności.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób przyrządzania mieszaniny benzenowo-benzynowej do azeotropowego odwadniania alkoholu, znamieny tym, że w kolumnie destylacyjnej o działaniu ciągłym poddaje się destylacji mieszaninę benzenu, etanolu, wody i frakcji benzyny wrzącej w temperaturze 66 — 99° C, przy czym we frakcji odbieranej u góry kolumny znajdują się czteroskładnikowe azeotropy, utworzone z benzenu, etanolu, wody i poszczególnych przedstawicieli węglowodorów parafinowych i naftenowych, zdolnych do utworzenia azeotropów czteroskładnikowych, u dołu zaś kolumny odbiera się węglowodory niezdolne do utworzenia wspomnianych azeotropów, przy czym otrzymana górna faza destylatu posiada skład odpowiedni, aby służyć jako mieszanina zdolna do odwadniania alkoholu.
2. Sposób według zastr. 1, znamieny tym, że przy użyciu benzyny, zawierającej węglowodory niższe wrzące, częściowo zdolne i częściowo niezdolne do tworzenia azeotropów o zbyt małej zawartości wody, zbyt nisko wrzące azeotropy usuwa się poprzez deflegmator.
3. Sposób według zastr. 1 i 2, znamieny tym, że przy użyciu nadmiaru etanolu i wody, w dolnej części kolumny zbiera się mieszaninę węglowodorów z etanolem i wodą, z której usuwa się etanol przez wypłukanie go wodą.
4. Sposób według zastr. 1—3, znamieny tym, że stosuje się kolumnę o działaniu przerywanym.
5. Sposób według zastr. 1—4, znamieny tym, że dobiera się taki stosunek benzenu do benzyny, aby w odbieralniku otrzymać fazę górną z nadmiarem benzenu, nie przekraczającą ilości, przy której obserwuje się jeszcze dobre rozwarstwienie faz w destylacie.

Główny Instytut Chemii
Przemysłowej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych