

URZĄD PATENTOWY



C 127 1/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 26769.

Kl. 6 b, 26/10.

Chemiczny Instytut Badawczy*)
(Warszawa, Polska).

Sposób odwadniania i rozdzielania mieszaniny wyższych alkoholi na drodze destylacji azeotropowej.

Zgłoszono 13 lutego 1937 r.

Udzielono 2 czerwca 1938 r.

Zagadnienie rozdzielania mieszaniny wyższych alkoholi na poszczególne składniki ma duże znaczenie przy wyzyskiwaniu w celach przemysłowych olejów fuzlowych, otrzymywanych jako produkt uboczny podczas rektyfikacji surówki. O ile bezpośrednio zastosowanie tych olejów jest dość ograniczone, o tyle poszczególne składniki fuzli, mianowicie alkohol izopropylowy, propylowy, izobutylowy, butylowy, amylo-
wy fermentacyjny oraz izoamylowy, posiadają duże znaczenie, głównie jako rozpuszczalniki. Prócz tego fuzle zawierają za-

wsze pewną ilość wody i niewielkie ilości alkoholu etylowego. Alkohol ten daje się prawie całkowicie usunąć przez przemycanie olejów fuzlowych roztworem chlorku wapnia. Bezpośrednia rektyfikacja fuzli w celu rozdzielania wyższych alkoholi napotyka duże trudności. Główną przyczyną tych trudności jest właśnie obecność wody, która z poszczególnymi alkoholami tworzy mieszaniny azeotropowe o zbliżonych temperaturach wrzenia. To też wstępną operacją przy rektyfikacji fuzli jest usunięcie wody, czyli odwodnienie fuzli.

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcami są Dr inż. Stanisław Bąkowski, Warszawa, i Edward Treszczanowicz, Warszawa.

Istnieje cały szereg metod odwadniania, czy to za pomocą stężonych roztworów soli Na_2CO_3 , K_2CO_3 , CaCl_2 , ZnCl_2 , czy też przez destylację azeotropową.

Ostatnio wymieniona metoda jest o tyle korzystna, że można prowadzić proces odwadniania w tej samej aparaturze destylacyjnej, w której następnie prowadzi się właściwą rektyfikację mieszaniny alkoholi.

Środki azeotropujące, stosowane do tychczas do odwadniania, takie jak benzen, benzyna i inne, posiadają tę cechę wspólną, niekorzystną z punktu widzenia ekonomii cieplnej procesu odwadniania, że tworzą zespoły azeotropowe nie tylko z wodą, lecz również trójskładnikowe mieszaniny azeotropowe z wodą i niektórymi alkoholami, wchodzącymi w skład fuzli.

Benzen np. tworzy takie mieszaniny z alkoholem izopropylowym i propylowym o następujących składach:

benzenu	73,8%	wagowych
alkoholu izopropylowego	18,7%	"
wody	7,5%	"
benzenu	82,4%	wagowych
alkoholu propylowego	9,0%	"
wody	8,6%	"

Mieszanina tych obu cieczy azeotropowych, destylujących w trakcie procesu odwadniania z kolumny odwadniającej, ulega następnie rozdzieleniu na dwie warstwy, które należy z kolei przerabiać w celu regeneracji alkoholi i środka odwadniającego.

Regeneracja przez wymywanie wodą jest utrudniona z powodu ograniczonej rozpuszczalności alkoholu propylowego w wodzie.

Zagadnienie komplikuje się jeszcze bardziej, jeżeli do odwadniania zamiast benzenu użyje się benzyny, która zawiera węglowodory nasycone, np. heptan, tworzące mieszaniny azeotropowe nie tylko z izo-

propanolem, lecz również z alkoholami butylowym i izobutylowym.

Sposób według wynalazku niniejszego polega na zastosowaniu takiego środka odwadniającego, który tworzy mieszaninę azeotropową z wodą, nie tworzy zaś trójskładnikowej mieszaniny azeotropowej z alkoholami wyższymi, jak izopropylowym, propylowym i innymi; środek taki nie powinien mieszać się przy tym z wodą.

Warunkom tym odpowiadają między innymi chlorek metylenu i octan etylu.

Pierwszy z nich nawet nie tworzy trójskładnikowej mieszaniny azeotropowej z wodą i alkoholem etylowym, dzięki czemu może być użyty do odwadniania fuzli nie przemitych, zawierających pewną ilość spirytusu.

Sposób rozdzielania mieszaniny wyższych alkoholi zawartych w fuzlach może być technicznie wykonywany następująco.

Mieszaninę uwodnionych alkoholi wraz z odpowiednią ilością środka odwadniającego wprowadza się do aparatu rektyfikacyjnego.

Pary dwuskładnikowej mieszaniny azeotropowej: środek odwadniający — woda po przejściu przez deflegmator ulegają skropleniu i rozwarstwieniu.

Warstwa, zawierająca środek odwadniający z niewielką ilością wody, może być ponownie użyta do odwadniania. Warstwę wodną usuwa się na zewnątrz lub też przez destylację tej warstwy regeneruje się z niej niewielkie ilości środka odwadniającego, rozpuszczone w wodzie.

Po odwodnieniu mieszaninę wyższych alkoholi poddaje się zwykłemu rozdestylowaniu na poszczególne składniki w tej samej kolumnie rektyfikacyjnej.

Cały proces może być prowadzony w sposób przerywany lub ciągły, pod normalnym lub zwiększonym ciśnieniem. W ostatnim wymienionym przypadku warstwę środka odwadniającego zawraca się bezpośrednio z rozdzielacza do kolumny odwadnia-

jącej, odwodnioną zaś mieszaninę alkoholi prowadzi się do szeregu kolumn rektyfikacyjnych, w których poszczególne alkohole zostają wyodrębnione kolejno.

Przykład. Jako materiał wyjściowy użyto fuzli o następującym składzie objętościowym:

wody	6%
alkoholu etylowego	0,7%
„ izopropylowego	4,0%
„ propylowego	4,7%
„ izobutyłowego	6,6%
„ butylowego	10,8% i
„ amylowego	67,2%

Fuzle te przemyto za pomocą stężonego roztworu chlorku, po czym zawierały one jeszcze 4% wody.

Proces odwadniania prowadzono w kolumnie 30-półkowej z deflegmatorem, a jako środek odwadniający zastosowano octan etylu.

Po rozdzieleniu mieszaniny w rozdzielaczu górną warstwę, zawierającą głównie octan etylu, zwracano do kolumny odwadniającej, dzięki czemu można było użyć do odwadniania tylko 50% teoretycznie potrzebnej ilości środka odwadniającego.

W tej samej kolumnie z deflegmatorem rozdestylowano odwodnioną mieszaninę wyższych alkoholi. Otrzymano produkty wrzące w następujących granicach temperatur (według Englera):

alkohol propylowy	93	—	99°
„ izobutyłowy	106,5	—	108°
„ butylowy	116	—	118°
„ amylowy fermentacyjny	127	—	129°
„ izoamylowy	130,5	—	131°

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odwadniania i rozdzielania mieszaniny wyższych alkoholi, znamieny tym, że jako środek odwadniający stosuje się taką substancję, która tworzy mieszaninę azeotropową z wodą, nie tworzy zaś trójskładnikowej mieszaniny z wodą i poszczególnymi alkoholami, zawartymi w mieszaninie tych alkoholi.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako środek odwadniający stosuje się chlorek metylenu CH_2Cl_2 albo octan etylu.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że proces odwadniania prowadzi się pod normalnym lub zwiększonym ciśnieniem, w sposób przerywany lub ciągły.

4. Sposób według zastrz. 1, 2 i 3, znamieny tym, że odwodnioną mieszaninę wyższych alkoholi poddaje się następnie rozdzieleniu przez rektyfikację w sposób przerywany lub ciągły.

Chemiczny Instytut
Badawczy.