Warszawa, 31 stycznia 1939 r.

URZĄD PATENTOWY

C12 C 1/02

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 27650. Kl. 6 b, 26.

Les Usines de Melle S. A.
(Saint-Léger-Lès-Melle, Deux-Sèvres, Francja)
i Henri Martin Guinot
(Melle, Francja).

Sposób wstępnego oczyszczania alkoholu podczas bezpośredniej destylacji przefermentowanych zacierów, zawierających niewielkie ilości alkoholu.

Zgłoszono 30 listopada 1935 r.
Udzielono 30 listopada 1938 r.
Pierwszeństwo: 5 grudnia 1934 r. (Francja).

W celu otrzymywania bardzo dobrze oczyszczonych alkoholi uważa się za rzecz niezbędną stosowanie dwustopniowego sposobu oczyszczania: oczyszczania wstępnego, mającego na celu przede wszystkim usunięcie produktów nisko wrzących (przedgonu) (Mariller, Distillation et Rectification des Liquides Industriels str. 465), oraz oczyszczania alkoholu już stężonego w celu usunięcia olejów fuzlowych.

W patencie nr 16 332 wykazano już, że oczyszczanie wstępne służy do usunięcia przedgonu i olejów fuzlowych, lecz opisane w tym patencie zraszanie wodą, niezbędne do oddzielenia olejów od alkoholu, powoduje znaczne rozcieńczenie obrabianego zacieru, co pociąga za sobą znowu dodatkowy znaczny koszt odpędzania alkoholu z rozcieńczonych destylatów. Prócz tego zraszanie wodą bardzo gorącą powoduje zatrzymanie w obrabianym zacierze części zanieczyszczeń takich, jak alkohol propylowy.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest ulepszony sposób, dzięki któremu unika się wspomnianych niedogodności. Zasadniczą cechę procesu niniejszego stanowi, że zacier poddaje się odparowywaniu

wstępnemu, aby odpędzić zeń w bardzo małej objętości par całkowitą ilość zanieczyszczeń trudno rozpuszczalnych w wodzie wraz z większością zanieczyszczeń lotnych. Pary kieruje się do kolumny oczyszczającej, w której uskutecznia się całkowite rozdzielenie zanieczyszczeń nierozpuszczalnych przez wydzielenie wody zawartej w tych parach. Zanieczyszczenia te, jak również i produkty lotne, odciąga się, a oczyszczony alkohol odprowadza się z powrotem do zacieru świeżo wprowadzanego do urządzenia.

Fig. 1 i 2 rysunku schematycznego przedstawiają przykładowo dwie postacie urządzenia do wykonywania sposobu według wynalazku.

Zacier, przeznaczony do obróbki i dostarczany z kadzi *1*, wprowadza się przewodem *2*, ewentualnie po podgrzaniu w wymienniku ciepła, do kolumny *3*, umieszczonej (najlepiej) na kolumnie stężającej *4;* w kolumnie *3* zacier podlega odparowaniu wstępnemu. Takie urządzenie jest stosowane często w aparatach do rektyfikacji bezpośredniej, zwłaszcza w celu usunięcia z brzeczki rozpuszczonych w niej gazów, których nie należy prowadzić do kolumny rektyfikacyjnej, aby nie zanieczyścić alkoholu oczyszczonego (jak to jest znane z dzieła Mariller loc. cit. str. 462 i 467). Kolumna stężająca posiada u podstawy zwykłe urządzenie grzejne *5* oraz przewód wypustowy *7* do usuwania wywaru.

Odparowywanie wstępne brzeczek powoduje przeprowadzenie w stan pary prawie całkowitej ilości zanieczyszczeń, które można uważać za mało rozpuszczalne w wodzie, a mianowicie estrów takich, jak octan etylu, propylu, butylu, amylu, maślany i inne estry ciężkie, acetyl, furfurol itd.

Razem z tymi mało rozpuszczalnymi zanieczyszczeniami przechodzą jednocześnie pary zanieczyszczeń rozpuszczalnych w wodzie, lecz bardzo lotnych, jak aldehydu octowego i amin tłuszczowych.

Odparowywanie wstępne reguluje się tak, aby odparowało najwyżej 10% objętościowych zacieru. Estry tworzą z alkoholem mieszaniny azeotropowe, wobec czego należy je przede wszystkim usunąć z brzeczki. Na przykład normalny octan propylowy, wrzący w temperaturze 102°, tj. o 34° wyżej niż alkohol, tworzy z alkoholem i wodą mieszaninę trójskładnikową, zawierającą 21,6% estru; to samo zachodzi w przypadku przeróbki acetalu, wrzącego w temperaturze 102°C i tworzącego z alkoholem dwuskładnikową mieszaninę azeotropową, zawierającą 21% acetalu.

Należy zaznaczyć, że dobrze jest zapobiec przejściu tego rodzaju zanieczyszczeń do kolumny rektyfikacyjnej wraz z olejami, którym zanieczyszczenia te towarzyszą na ogół we wszystkich zwykłych procesach rektyfikacji, gdyż w przeciwnym razie nie można uniknąć porywania zanieczyszczeń przez alkohol podczas ostatecznego stężania go do 96,5° w kolumnie rektyfikacyjnej.

Aby to osiągnąć, pary alkoholowe, bardzo bogate w zanieczyszczenia i pochodzące ze wstępnego odparowywania brzeczki, kieruje się przewodem *8* do środkowej części kolumny oczyszczającej *9*. Ponieważ pary alkoholu posiadają dostatecznie duże ciepło parowania, umożliwiające stężanie alkoholu bez doprowadzania ciepła z zewnątrz, aż do 95% (objętościowych), wystarcza więc u podstawy kolumny *9* zastosować lekkie ogrzewanie dodatkowe, np. za pomocą urządzenia grzejnego poprzez powierzchnię *10*, w celu wyczerpania cieczy wodnistej, spływającej do dolnej części kolumny.

Stwierdzono, że w tych warunkach łatwo jest odciągnąć z pewnych półek kolumny *9* zanieczyszczenia zawarte w tych parach; ku podstawie kolumny zanieczyszczenia te wydzielają się w postaci oddzielnej warstwy nawet samorzutnie i za-

wierają znaczną część estrów bardzo ciężkich. Jest rzeczą korzystną odciąganie tych olejów z różnych półek, na których nagromadza się ciecz szczególnie bogata w te oleje, oraz następnie połączenie odcieków razem w celu ewentualnego rozwarstwienia w razie potrzeby, o ile nie następuje rozwarstwienie się samorzutne wskutek dodania wody czystej albo słonej. W tym przypadku ilość procentowa olejów rozwarstwiających się samorzutnie jest większa, a tym samym oczyszczanie alkoholu — skuteczniejsze. Przewody odprowadzające oleje oznaczono liczbą *11*.

Rozdzielanie olejów oraz usuwanie ich przez dekantację lub w inny sposób, zwykle uskuteczniane w kolumnie rektyfikacyjnej, w procesie niniejszym wykonywa się całkowicie w samej kolumnie oczyszczającej.

Odcieki, mniej lub bardziej wyczerpane, spływające z kolumny oczyszczającej, jak również wody, pochodzące z dekantacji olejów, są odprowadzane przewodem *12* na górną półkę kolumny *3*, na którą przewodem *2* wprowadza się również brzeczkę.

Na tę samą półkę zawraca się również przewodem *13* alkohol, który odciąga się w stanie pasteryzowanym, tj. o kilka półek poniżej szczytu kolumny oczyszczającej *9*, pozwalając zanieczyszczeniom lotnym zbierać się u samego wierzchołka i następnie po skropleniu w chłodnicy *14*, do której prowadzi się je przewodem *15*, odciąga się je częściowo przewodem *16*, reszta zaś skroplin spływa z powrotem przewodem *17* do wierzchołka kolumny oczyszczającej. Alkohol, odciągnięty przewodem *13* w stanie pasteryzowanym, jest oczyszczony zaledwie z grubsza. Zawiera on jeszcze zanieczyszczenia, które zostają doprowadzone do szczytu kolumny *3;* lekkie parowanie, jakiemu ulegają one ponownie po rozcieńczeniu w świeżej brzeczce, zapobiega opuszczeniu się tych zanieczyszczeń do podstawy kolumny *3;* odprowadza się je ostatecznie przewodem *8* do kolumny oczyszczającej *9*.

Zanieczyszczenia, które za pierwszym razem nie zostały usunięte z kolumny oczyszczającej, zostają powtórnie wprowadzone na górne półki kolumny *3* i wracają do kolumny oczyszczającej, z której prędzej czy później zostają odciągnięte bądź jako oleje — przewodem *11*, bądź też jako przedgon — przewodem *16*.

Alkohol pasteryzowany, odciągany przewodem *13*, można ponadto poddać oczyszczeniu dodatkowemu w kolumience dodatkowej, aby uwolnić ten alkohol od większości produktów średnio lotnych, które może on jeszcze zawierać. W tym celu można uzupełnić aparaturę tak, jak wskazano na fig. 2. Do kolumny *9* przyłączona jest kolumienka *27*, ogrzewana wężownicą *28* i zasilana alkoholem pasteryzowanym z kolumny *9* w swej części środkowej przewodem *13*. Pary ulatniające się u wierzchołka kolumny *27* są kierowane przewodem *29* do skraplacza *30*, a skropliny częściowo wracają przewodem *32*, częściowo zaś są usuwane przewodem *31*. Alkohol oczyszczony odprowadza się przewodem *13'* do kolumny *3*. Jednakże, ponieważ alkohol ten jest bardziej czysty od otrzymywanego w urządzeniu, przedstawionym na fig. 1, dzięki obróbce uzupełniającej w kolumience *27*, jest rzeczą korzystną zawracanie go już nie na półkę zasilania kolumny *3*, lecz o kilka półek poniżej.

Co do oczyszczonego zacieru, to pozbawia się go alkoholu jak zwykle w kolumnie *4*, a oczyszczone pary alkoholowe kieruje się przewodem *18* do kolumny rektyfikacyjnej *19*. Kolumna *19* może być zwykłą kolumną rektyfikacyjną, w której zniesione jest zwykłe odciąganie olejów fuzlowych. Kolumna ta, ogrzewana u podstawy w miejscu *20*, posiada przewód spustowy *21* do odcieków. U wierzchołka tej kolumny odciąga się przewodem *22* alkohol, naj-

lepiej pasteryzowany, po czym można go ewentualnie poddać lekkiej destylacji, aby całkowicie usunąć małe ilości przedgonu, które alkohol ten może jeszcze zawierać. Kolumna posiada jak zwykle skraplacz *23* z przewodem dopływowym *24;* skropliny częściowo wracają przewodem *25* do kolumny *19,* a częściowo są usuwane przewodem *26.*

Można również poddawać zacier, oczyszczony w kolumnach *3* i *4,* obróbce różnej od rektyfikacji, a zwłaszcza odwadnianiu za pomocą jakiegokolwiek znanego procesu. Wreszcie przeróbkę sposobem według wynalazku można częściowo lub całkowicie przeprowadzać pod ciśnieniem różnym od atmosferycznego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wstępnego oczyszczania alkoholu podczas bezpośredniej destylacji przefermentowanych zacierów, zawierających niewielkie ilości alkoholu, znamienny tym, że destylat, otrzymany przez słabe odparowanie przefermentowanego zacieru wynoszące co najwyżej 10% objętościowych, poddaje się oczyszczeniu w dodatkowej kolumnie oczyszczającej w celu całkowitego oddzielenia zawartych w nim mało rozpuszczalnych zanieczyszczeń, przy czym wszystkie te zanieczyszczenia odciąga się z kolumny oczyszczającej, alkohol zaś odprowadza się z powrotem do kolumny, z której oddestylowuje świeży zacier, a następnie całkowicie już oczyszczony zacier stęża się w kolumnie rektyfikacyjnej, która może być pozbawiona stosowanych dotychczas urządzeń do odciągania i przemywania olejów fuzlowych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że ze świeżym zacierem miesza się nie tylko wstępnie oczyszczony alkohol, odpędzony z kolumny oczyszczającej, lecz również i wodę odciekową, a to w celu ponownego uwolnienia jej od zanieczyszczeń i od ewentualnie obecnych w niej nieznacznych ilości alkoholu.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tym, że alkohol, pochodzący z kolumny oczyszczającej, przed zmieszaniem go ze świeżym zacierem alkoholowym uwalnia się od porwanych przezeń zanieczyszczeń w osobnej kolumnie.

Les Usines de Melle S. A.
Henri Martin Guinot.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig. 1

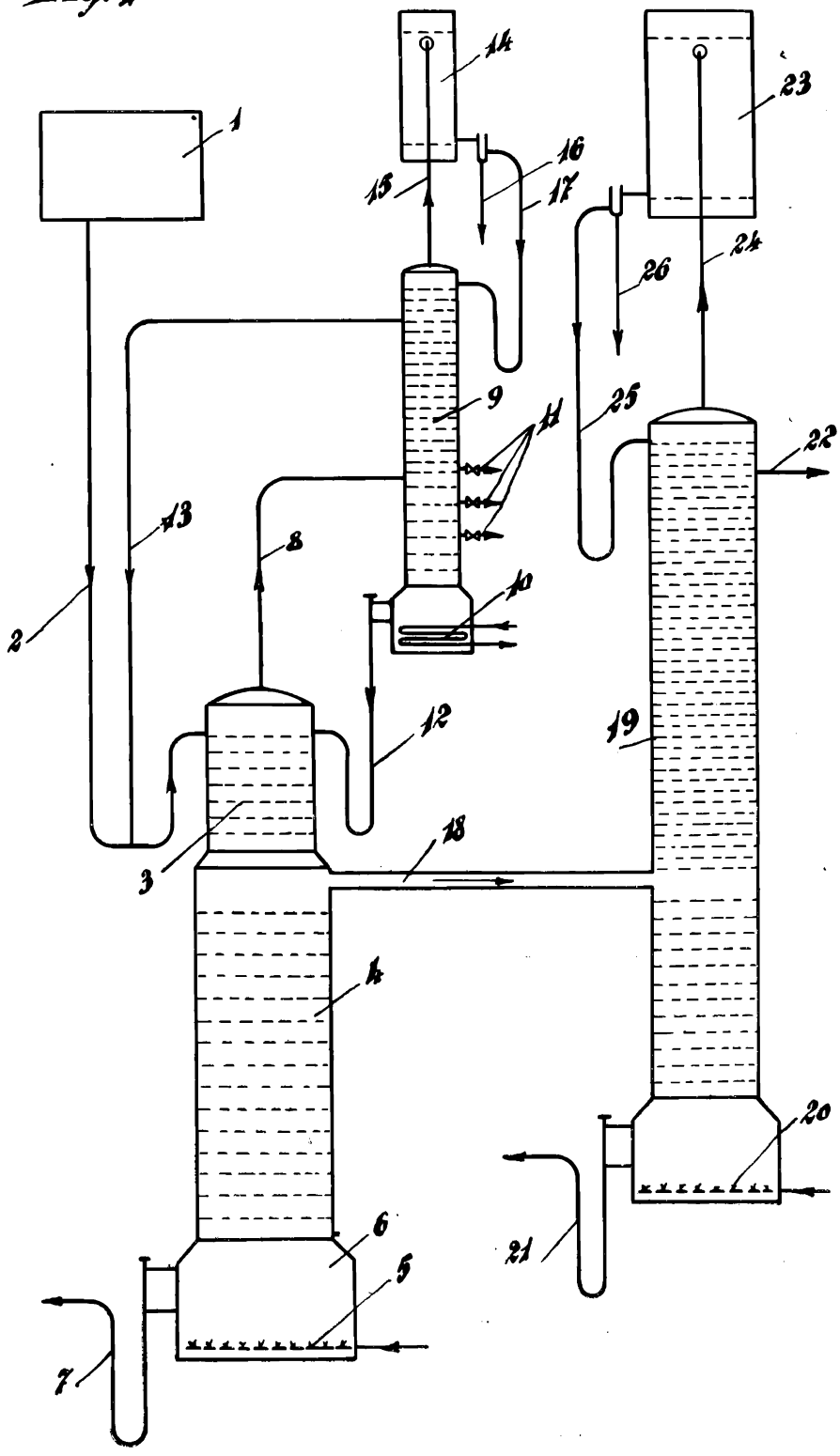
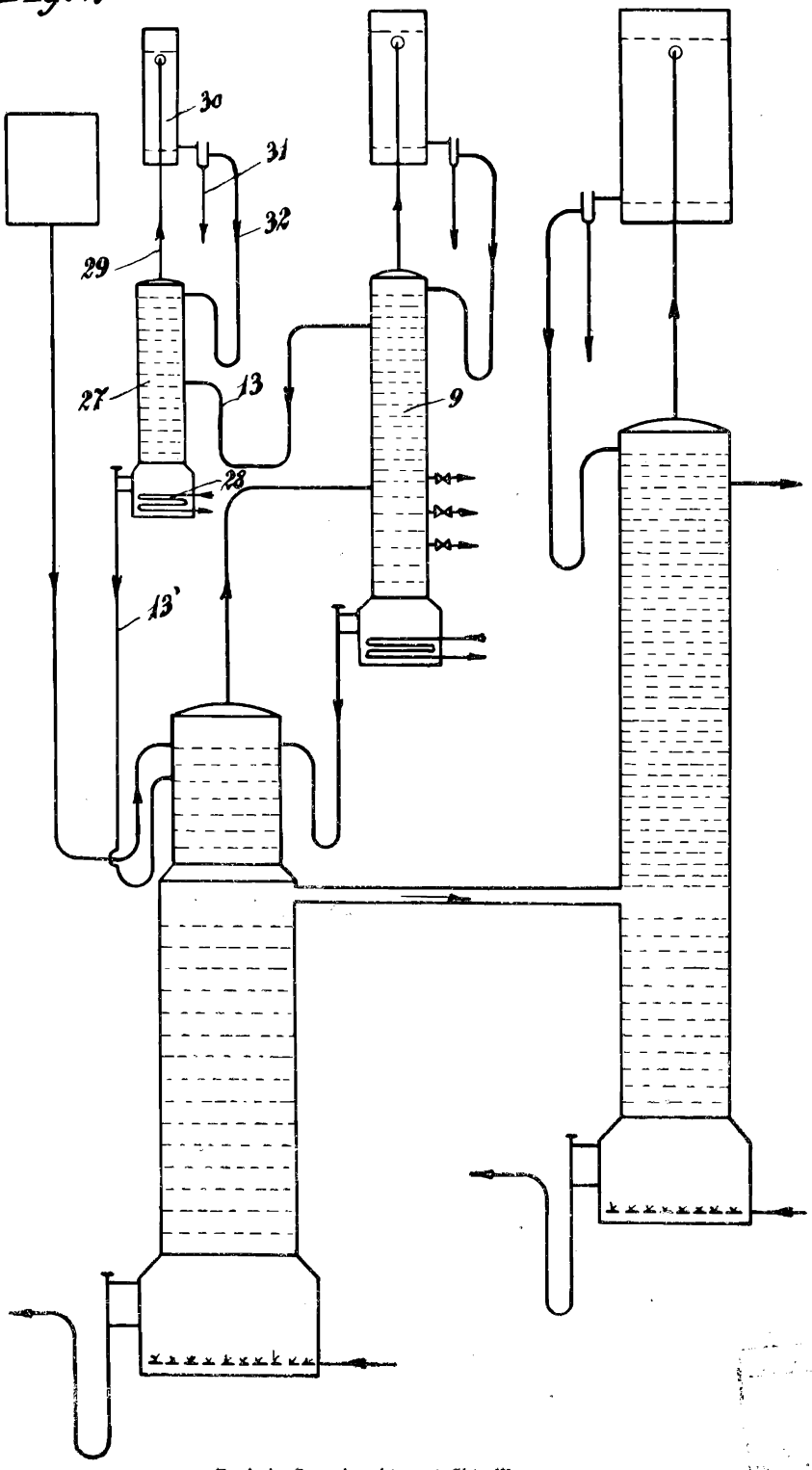


Fig. 2



Druk L. Bogusławskiego i Ski, Warszawa.