



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195483

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 29/04

/22/ Přihlášeno 24 05 77
/21/ /PV 3405-77/

(40) Zveřejněno 31 05 79

(45) Vydáno 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

KUBIČKA RUDOLF doc. ing. CSc., LITVÍNOV, HUML MIROSLAV ing. CSc., MOST,
VEPŘEK JAROSLAV ing. a DUBSKÝ JIŘÍ ing., LITVÍNOV

(54) Způsob rafinace syntetického etylalkoholu a dietyléteru

Při výrobě syntetického etylalkoholu přímou hydratací etylénu vodní parou katalyzovanou kyselinou fosforečnou nanesenou na silikagelu nebo křemelině se jako produkt získá lihovodný kondenzát. Tento lihovodný kondenzát obsahuje obvykle 5 až 25 procent obj. etylalkoholu.

Při přímé hydrataci etylénu vznikají vedle etylalkoholu v menším množství i další kyslíkaté sloučeniny, jako dietyléter, acetaldehyd, aceton, terc. butylalkohol, sek. butylalkohol, metyletylketon, isopropylalkohol, C₅-alkoholy a další látky. Při výrobě čistého etylalkoholu je nutno obsažené nežádoucí kyslíkaté sloučeniny oddělit.

Obsažené nežádoucí příměsi lze oddělit buď při destilaci lihovodného kondenzátu, anebo rektifikací surového etylalkoholu vydestilovaného z lihovodného kondenzátu. Při oddělování příměsí z lihovodného kondenzátu může být výhodné pracovat za podmínek extraktivní destilace, při které se mění relativní těkavost obsažených příměsí vůči etylalkoholu a usnadňuje se jejich oddělení. Při extraktivní destilaci lze oddělit jak niževroucí, tak i výševroucí obsažené příměsi. Při rektifikaci zakoncentrovaného surového etylalkoholu se oddestiluje obsažený dietyléter, do kterého přejde z větší části i obsažený acetaldehyd a další nečistoty.

Součástí rafinace etylalkoholu může být i hydrogenační zařízení, na kterém se odstraňují z etylalkoholu obsažené aldehydy a ketony. Tyto aldehydy a ketony se převedou na příslušné alkoholy. Tak např. obsažený acetaldehyd se hydrogenuje na etylalkohol

a aceton na isopropylalkohol. Účinnou složkou používaného hydrogenačního katalyzátoru je obvykle nikl nanesený na vhodném nosiči.

Nyní bylo zjištěno, že lze zavést výrobu technicky čistého dietyléteru a rafinovaného etylalkoholu zlepšené kvality. Zlepšení spočívá v tom, že se z lihovodného kondenzátu anebo ze surového etylalkoholu neoddestilují jako dosud jen dietyléter a další obsažené niževroucí příměsi, ale i 3 až 90 procent hmot. etylalkoholu, s výhodou 10 až 50 % hmot. alkoholu. Získaný kondenzát, ve kterém je zakoncentrován vedle etylalkoholu a dietyléteru zejména acetaldehyd, se hydrogenačně rafinuje za použití hydrogenačních katalyzátorů při tlacích 0,5 až 5 MPa a teplotách 90 až 200 °C a v následné rektifikaci se z něj oddělí dietyléter, který po vysušení vyhovuje obchodním požadavkům bez další rafinace. Současně získaný hydrogenačně rafinovaný etylalkohol také vyhovuje zvýšeným požadavkům podle hodnocení manganistanovým testem. Po hydrogenaci se získá etylalkohol o manganistanovém testu min. 10 minut, obvykle 20 až 30 minut.

Při oddestilování dietyléteru a části etylalkoholu ze surového etylalkoholu se získá po hydrogenační rafinaci a rektifikaci rafinovaný etylalkohol se sníženým obsahem výševroucích kyslíkatých příměsí. Získaný dietyléter není nutno dále rafinovat, jako je to nezbytné u stávajících postupů.

Uspořádání zlepšeného postupu rafinace etylalkoholu a příslušné analytické údaje jsou uvedeny v následujících příkladech. Pro větší přehled je uvedeno i dříve používané uspořádání.

P ř í k l a d 1

a/ Dříve používané uspořádání /viz obr. 1a/

Podle tohoto uspořádání lihovodný kondenzát 1 vstupuje bokem do rektifikace 2, kde se rozděluje na odpadní vodu 3 a surový etanol 4, jehož 87 dílů se odvádí pro přímé použití 5 a 13 dílů 6 se uvádí horem do hydrogenace 7 a hydrogenát 8 se uvádí na rektifikaci 9, z níž se horem odvádějí odplyny 10 a spodem hydrogenovaný etanol 11.

Podle tohoto uspořádání se dietyléter a nížeovroucí příměsi z etylalkoholu buď vůbec neodstranily, nebo se oddělovaly jen částečně. Spolu s dietyléterem se oddestiloval z větší části i obsažený acetaldehyd a získaný produkt obsahovat např. 7 % hmot. acetaldehydu. Pro získání prodejného dietyléteru se musel podrobovat dalšímu nákladnému zpracování /několikastupňové praní roztoky kyselého siřičitanu, hydroxidu sodného a manganistanu draselného apod./.

b/ Podle nově navrhovaného uspořádání rafinace uvedeného ve schématu na obr. 1b se postupuje tak, že lihovodný kondenzát 1 vstupuje do rektifikace 2, kde se spodem oddělí odp. voda 3 a horem odchází surový etanol 4, který se odvádí k oděterování 12, při němž se ze surového etanolu 4 oddestiluje směs 13 obsahující spolu s dietyléterem a acetonem a dalšími příměsami i část etylalkoholu, obvykle v rozmezí 3 až 90 % hmot., s výhodou např. 10 až 50 % hmot. a spodem se odvádí nevydestilovaný technický etanol 14. Vydestilovaná směs 13 obsahující dietyléter, acetaldehyd a etylalkohol a v menší míře ještě další příměsi, se podrobí hydrogenační rafinaci 15.

Jako katalyzátor se používá nikl nanesený na křemelině. Obvyklé pracovní podmínky jsou následující:

tlak	2 až 3 MPa
teplota	100 až 130 °C
prosazení	1 až 5 l/l katalyzátoru za hod.

Hydrogenačně rafinovaný produkt 16, jehož je 10 až 90 dílů ze surového etanolu, neobsahuje žádné aldehydy a ketony ani jiné nestabilní podíly. Podrobí se rektifikaci 9, při které se z něj vydestiluje čistý dietyléter 17, který není zapotřebí dále rafinovat. Jediná úprava, kterou je případně žádoucí začlenit, je odvodnění získaného dietyléteru, a to v závislosti na jeho dalším použití. Získaný hydrogenačně rafinovaný etylalkohol 18 má velmi dobrý manganista-

nový test a obsahuje méně výševroucích kyslíkatých příměsí než alkohol vyrobený podle dosavadního postupu podle schématu 1a. Analytické údaje jsou uvedeny v tabulce.

P ř í k l a d 2

Nově navrhované uspořádání se začleněním extraktivní destilace. Dalšího zlepšení lze dosáhnout začleněním extraktivní destilace do linky pro rafinaci syntetického etanolu, jak je uvedeno ve schématech 2a a 2b.

Při uspořádání 2a se lihovodný kondenzát 1 spolu s vodou 19 nastříkuje do extraktivní destilace 20, z níž se destilační zbytek 21 odvádí do rektifikace 22, z níž spodem odchází odp. voda 3 a horem 85 dílů rafinovaného etanolu 23, destilát 24 se odvádí do hydrogenační rafinace 15 a hydrogenát 16 se uvádí do rektifikace 9, z níž se horem odvádějí 2 díly jako rafinovaný dietyléter 17, spodem 13 dílů technického hydrogenovaného etanolu 25.

Výhodou uspořádání podle schématu 2a je, že se získá dietyléter technický, který obdobně jako u schématu 1b není nutno dále upravovat. Současně odpadající hydrogenovaný etylalkohol je zbavený acetaldehydu a dalších příměsí, které zhoršují hodnotu manganistanového testu. Kombinací postupů podle schématu 1b a 2a /viz obr. 2b/ lze dosáhnout dalšího zlepšení kvality rafinovaného etylalkoholu. Při uspořádání podle obr. 2b se lihovodný kondenzát 1 dělí na dvě části, z nichž jedna se uvádí spolu s vodou 19 do extraktivní destilace 20, z níž se destilační zbytek 21 uvádí na rektifikaci 22 a destilát 24 spolu s druhou částí lihovodného kondenzátu se uvádí na rektifikaci 2, v níž se oddělí odpadní voda 3 a destilát 4 se uvádí do oděterování 12, destilát 13 se uvádí na hydrogenační rafinaci 15 a hydrogenát 16 na rektifikaci 9, z níž se horem odvádějí 2 díly rafinovaného dietyléteru 17 a spodem 13 dílů rafinovaného hydrogenovaného etanolu 18.

Odtah ze spodu oděterování 14 se spojuje s bočním odtahem 26 z rektifikace 22, který obsahuje převážně vyšší alkoholy na 40 dílů tech. etanolu 27. Spodem rektifikace 22 se odvádí odp. voda 3 a horem 45 dílů rafinovaného etanolu 23. V tomto případě se výševroucí nečistoty odvádějí ze systému ve formě technického etanolu, který má však lepší kvalitu než etylalkohol získávaný dosud podle schématu 1a.

Kvality produktů podle jednotlivých navržených uspořádání jsou uvedeny v tabulce.

Tabulka analytických údajů

Příklad podle:

		schéma 1a			schéma 1b		schéma 2a		
		surový etanol	hydroge- novaný etanol	tech- nický etanol	rafino- vaný etanol hydrog.	rafino- vaný dietyl- éter	rafino- vaný etanol	tech- nický etanol hydrog.	rafino- vaný dietyl- éter
obsah dietyléteru	% hmot.	1,8	0,3	0,1	0,1	cca 98,50	0,0	0,1	min 97
vyšších alkoholů	% hmot.	0,5	0,5	0,25	0,2	-	10 ppm	0,2	-
aldehydů	% hmot.	0,4	0,05	0,025	30 mg/l	30 mg/l	10 ppm	20 ppm	30 mg/l
kyselin	mg/l	10	10	5	5	2	5	5	2
esterů	mg/l	10	10	80	10	-	20	10	-
odparek	mg/l	pod 10	pod 15	pod 10	pod 10	pod 20	pod 10	pod 10	pod 20
obsah etanolu	% hmot.	-	-	-	-	pod 1,0	-	-	cca 1,0
manganista- nový test	/minut/	0	10	0	min 30	-	min 40	min 30	-
obsah vody		-	-	-	-	pod 0,5	-	-	cca 1,5
obsah peroxidů	mg/l	-	-	-	-	pod 5	-	-	pod 5

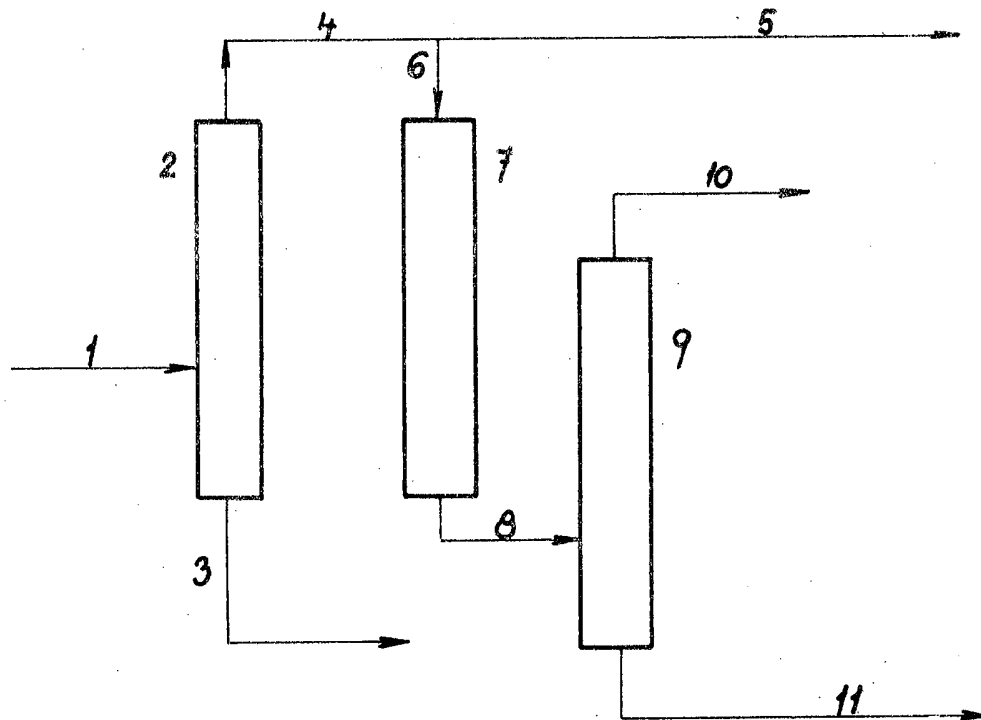
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob rafinace syntetického etylalkoholu a dietyléteru, při kterém se obsažené nežádoucí kyslíkaté příměsi oddestilovávají z lihovodného kondenzátu anebo ze surového etylalkoholu, vyznačený tím, že spolu s dietyléterem, acetaldehydem a dalšími příměsemi oddestiluje 3 až 90 % hmot. obsaženého etylalkoholu, s výhodou 10 až 50 % hmot., a

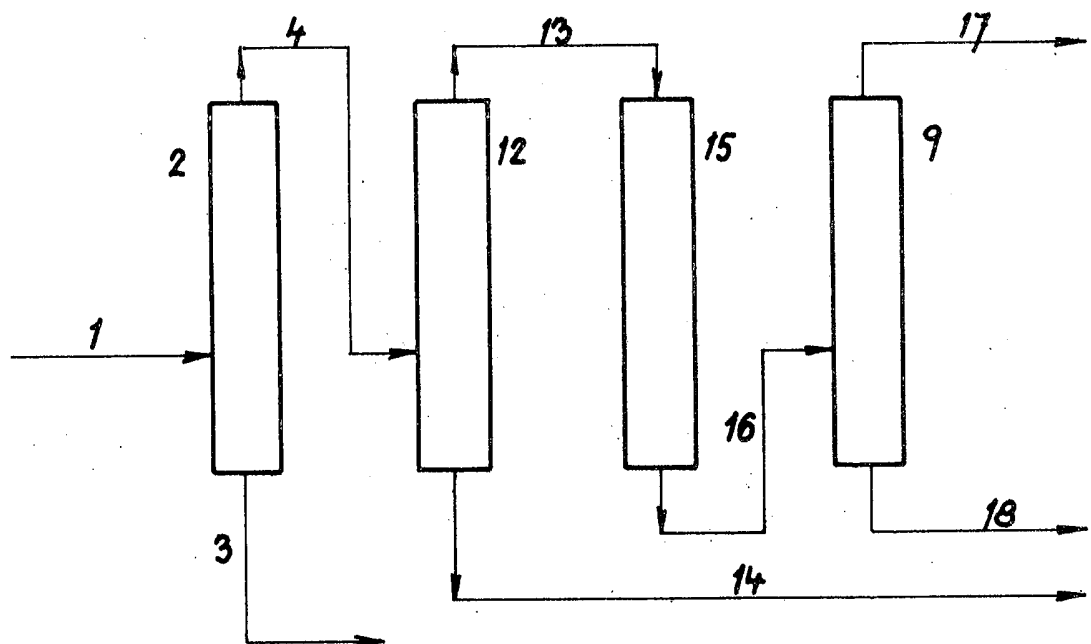
tento destilát se podrobuje hydrogenační rafinaci za použití hydrogenačních katalyzátorů při tlacích 0,5 až 5 MPa a teplotách 90 až 200 °C, při které se obsažené aldehydy a ketony převedou na příslušné alkoholy a ze získaného hydrogenátu se rektifikací připraví technický dietyléter a rafinovaný etylalkohol.

3 listy výkresů

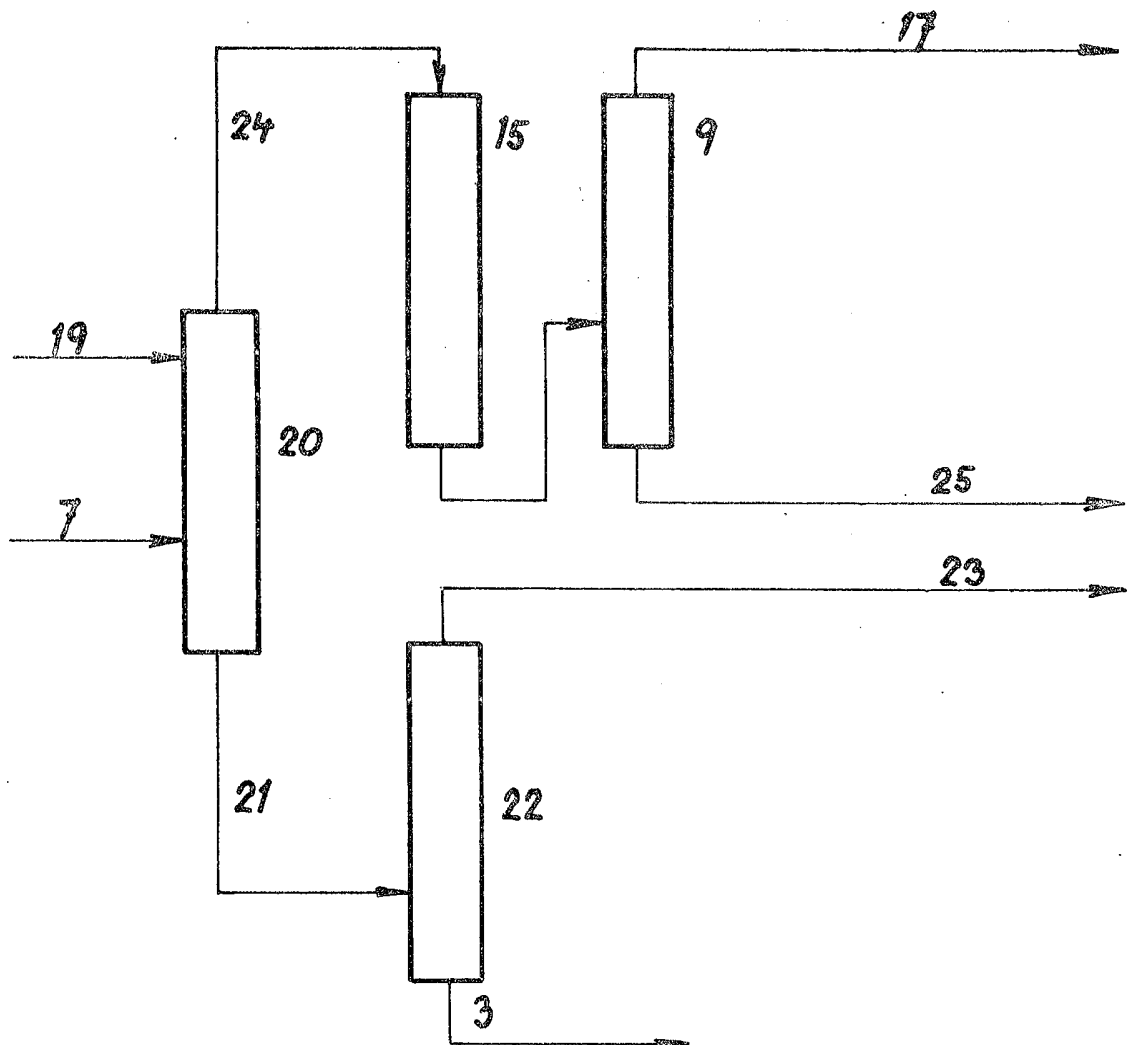
OBR. 1a



OBR. 1b



OBR. 2a



OBR. 26

