



COyc 29/128
Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 45115

Kl. 12 o, 5/02

Bardeckie Zakłady Celulozowo-Papiernicze *)

Bardo Śląskie, Polska

Sposób odwadniania olejów fuzlowych

Patent trwa od dnia 23 stycznia 1959 r.

Wynalazek dotyczy sposobu odwadniania olejów fuzlowych wszelkiego pochodzenia przez destylację w kolumnie rektyfikacyjnej o działaniu okresowym.

Fuzle składają się z wyższych alkoholi alifatycznych, etanolu i wody, przy czym ta ostatnia tworzy z wyższymi alkoholami alifatycznymi homo- i heteroazeotropy o bardzo zbliżonych temperaturach wrzenia, wskutek czego nie dają się one rozdzielać przez zwykłą destylację nawet na bardzo sprawnych kolumnach rektyfikacyjnych. Fuzle staniowią wieloskładnikową mieszaninę o zmiennym składzie. Zmienność składu fuzli, pod względem zawartości wyższych alkoholi alifatycznych, jest zależna od pochodzenia fuzli, od przebiegu procesu fer-

mentacyjnego, a pod względem zawartości etanolu i wody jest zależna od sprawności kolumn rektyfikacyjnych przemysłu spirytusowego oraz sposobu przeprowadzania procesu rektyfikacji surowego spirytusu na tych kolumnach.

Ta zmienność ilościowego składu fuzli uniemożliwia przeprowadzanie procesu odwodnienia jak też wydzielania wyższych alkoholi alifatycznych z fuzli na kolumnach rektyfikacyjnych o działaniu ciągłym, które mogą pracować efektywnie tylko przy stałym składzie mieszanin wieloskładnikowych.

Normalnie wyższe alkohole alifatyczne z fuzli otrzymuje się w ten sposób, że fuzle wstępnie odwadnia się za pomocą środków wiążących wodę, po czym olej fuzlowy rozdestylowuje się na szereg frakcji stanowiących głównie homo- i heteroazeotropy wodne tych alkoholi. Uzyskane frakcje wodno-alkoholowe odwadnia się następnie środkami odwadniającymi i poddaje rektyfikacji, w celu otrzy-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są doc. dr inż. Mieczysław Bułata, mgr inż. Bogdan Burczyk, mgr inż. Jan Pospolita i mgr inż. Stanisław Witek.

wania koncentratów poszczególnych wyższych alkoholi alifatycznych. Z uzyskiwanych koncentratów otrzymuje się poszczególne alkohole przez destylację azeotropową przy użyciu środków azeotropowych tworzących azeotropy dwuskładnikowe. Wydajności uzyskiwanych bezwodnych koncentratów alkoholowych są stosunkowo nieduże, gdyż podczas wielokrotnych destylacji otrzymuje się znaczne ilości przedgonów, stanowiących również azeotropy wodne wyższych alkoholi alifatycznych. Jak widać z powyższego opisu, ten znany sposób otrzymywania wyższych alkoholi alifatycznych z olejów fuzlowych jest bardzo kłopotliwy, a przy tym mało wydajny, co wpływa na wysoki koszt otrzymywania tych alkoholi tą drogą.

Odwodnienie fuzli można przeprowadzić w prosty sposób za pomocą chloroformu, który daje azeotropy z wodą i etanolem, natomiast nie tworzy azeotropów z wyższymi alkoholami alifatycznymi. Wysoka cena chloroformu, a zwłaszcza jego właściwości silnie trujące, ograniczają jednak poważnie użycie go w skali przemysłowej. Stwierdzono, że do odwodnienia olejów fuzlowych można zastosować również benzen, który jest znacznie tańszy i łatwiej dostępny od chloroformu. Wprawdzie benzen nie jest tak korzystnym czynnikiem azeotropującym jak chloroform, ponieważ oprócz azeotropu trójskładnikowego benzen-woda-etanol, tworzy również heteroazeotropy z wyższymi alkoholami i wodą oraz homoazeotropy z wyższymi alkoholami, jednak przy zachowaniu odpowiedniego reżimu technologicznego umożliwia całkowite odwodnienie olejów fuzlowych bez powodowania strat wyższych alkoholi.

Według wynalazku odwadnianiu poddaje się oleje fuzlowe zawierające w określonym stosunku wodę, etanol i benzen. Stosunek ten powinien być taki, aby woda została wydzielona całkowicie w postaci heteroazeotropu woda-etanol-benzol, natomiast nadmiar benzenu w postaci homoazeotropu etanol-benzen. Wskaźnikiem właściwości przeprowadzenia procesu odwodnienia fuzli, powinno być uzyskanie w destylacie frakcji bezwodnego etanolu. Do oleju fuzlowego należy więc wprowadzić taką ilość czynnika azeotropującego, ażeby nastąpiło całkowite odprowadzenie wody w azeotropie trójskładnikowym, a pewien nadmiar benzenu oddestylował z pozostałym w oleju fuzlowym etanolem w postaci azeotropu dwuskładnikowego benzen-etanol. W dalszym ciągu destyla-

cji oddestylowuje obecny ewentualnie bezwodny etanol, a następnie frakcje bezwodnych wyższych alkoholi alifatycznych o coraz wyższych temperaturach wrzenia.

Oleje fuzlowe stanowią produkt uboczny, otrzymywany podczas rektyfikacji surowki spirytusowej (surowego spirytusu), przy czym przemysł spirytusowy prowadzi destylację w taki sposób, aby pozostałość podestylacyjna, to znaczy fuzle zawierały jak najmniej etanolu.

W przypadku małych ilości etanolu w przerabianym fuzlu, po jego odwodnieniu przez oddestylowanie azeotropu trójskładnikowego benzen-etanol-woda, pozostały benzen tworzy z n-propanolem azeotrop dwuskładnikowy o temperaturze wrzenia $77,12^{\circ}\text{C}$, co powoduje straty cennego n-propanolu. Może się również zdarzyć, że fuzel zawiera tak małe ilości etanolu, iż nie wystarcza go do całkowitego odwodnienia i wtedy tworzy się azeotrop trójskładnikowy benzen—n-propanol—woda o temperaturze wrzenia $68,24^{\circ}\text{C}$, co również przyczynia się do strat n-propanolu, a nawet innych, wyżżej wrzących alkoholi alifatycznych. W związku z tym niezbędne jest określanie zawartości wody i etanolu w przerabianym fuzlu.

Według wynalazku każdą partię fuzli poddaje się analizie na zawartość etanolu i wody, przy czym benzenowi dodaje się do fuzli w takiej ilości, by wystarczał do całkowitego usunięcia wody, w postaci azeotropu trójskładnikowego benzen-etanol-woda. Naturalnie, benzenowi dodaje się z pewnym, określonym nadmiarem, w ilości niezbędnej do wypełnienia jego parami wnętrza kolumny, co zależy od typu i wielkości tejże kolumny.

W razie stwierdzenia na drodze analitycznej, że zawartość etanolu w fuzlu jest niedostateczna do wytworzenia azeotropu trójskładnikowego benzen-etanol-woda, w ilości niezbędnej do całkowitego odwodnienia, do fuzlu dodaje się również etanol w ilości co najmniej takiej, aby wraz z etanolem znajdującym się w fuzlu wystarczyło go do wytworzenia azeotropu trójskładnikowego benzen-etanol-woda, zawierającego całą wodę znajdującą się w fuzlu.

Azeotrop trójskładnikowy benzen-etanol-woda wrze w temperaturze $64,86^{\circ}\text{C}$. Zawiera on 74,1% wagowych benzenu, 18,5% wagowych etanolu i 7,4% wagowych wody. Po odprowadzeniu z kolumny i ochłodzeniu owego azeotropu do temperatury 15°C , następuje jego roz-

dzielenie się na dwie fazy, przy czym faza górna w ilości 85,7% wagowych zawiera 85,0% benzenu, 13,3% etanolu i 1,7% wody, a faza dolna natomiast zawiera 9,0% benzenu, 49,7% etanolu i 41,3% wody. Umożliwia to ponowne użycie górnej warstwy w kolumnie rektyfikacyjnej do odwadniania fuzlu, a tym samym znaczne zmniejszenie teoretycznej ilości czynnika azeotropującego, niezbędnej do całkowitego odwodnienia fuzlu stanowiącego wsad kolumny destylacyjnej o działaniu okresowym.

Dalszy przebieg procesu destylacji odwodnionego fuzlu zależy od jego składu ilościowego i zawartości etanolu. Kolejno więc destyluje azeotrop dwuskładnikowy benzen-etanol o temperaturze wrzenia 68,24°C, bezwodny etanol, a następnie bezwodne frakcje wyższych alkoholi alifatycznych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odwodnienia olejów fuzlowych wszelkiego pochodzenia na drodze destylacji azeotropowej w kolumnie rektyfikacyjnej o działaniu okresowym, znamieny tym, że do

fuzli dodaje się benzenu, jako czynnika azeotropującego, przy czym benzenu dodaje się w takiej ilości, aby wraz z etanolem i wodą znajdującymi się w fuzlu wytworzył azeotrop trójskładnikowy benzen-etanol-woda, zapewniający całkowite odwodnienie fuzlu.

2. Sposób według zastrz. 1, w przypadku stwierdzenia w fuzlu niedostatecznych ilości etanolu do wytworzenia z benzenem i wodą azeotropu trójskładnikowego zawierającego całkowitą ilość wody, znamieny tym, że do fuzlu dodaje się prócz benzenu również etanolu w takiej ilości, aby wraz z etanolem znajdującym się w fuzlu wystarczyło go do wytworzenia azeotropu trójskładnikowego benzen-etanol-woda, zapewniającego całkowite odwodnienie fuzlu.

Bardeckie Zakłady
Celulozowo-Papiernicze

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy