



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 285 259 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 12 F 1/00

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD C 12 F / 319 711 6	(22)	12.09.88	(45)	12.12.90
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	siehe (73)
(72)	Matthes, Hans; Weigelt, Horst; Schmidt, Johannes, DD
(73)	VEB Kombinat Spirituosen, Wein und Sekt – Stammbetrieb VEB Bärensiegel, Friedenstraße 89, Berlin, 1017, DC

(54) **Verfahren zur Methanolabscheidung aus Sulfitlaugenrohspirit**

(55) Verfahren; Abscheiden; Methanol; Sulfitlaugenrohspirit; Parameter; Schaltung; Spirituosenindustrie
(57) Das erfindungsgemäße Verfahren zum Abscheiden von Methanol aus Sulfitlaugenrohspirit wird in der Spirituosenindustrie in Methanolabscheidungsanlagen angewendet. Es wurde ein Verfahren entwickelt, welches sich gegenüber den bekannten Verfahren durch folgende Punkte auszeichnet:
– Erhöhung der Lebensdauer der Ausrüstungen
– Leistungssteigerung bezüglich des Durchsatzes
– Minimierung der Verluste an Ethanol
– Reduzierter Schleppmitteleinsatz
– Verbesserung der Energiebilanz
– Qualitätsverbesserung des Rohspirit

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Methanolabscheidung aus Sulfitlaugenrohsprit durch Azeotropdestillation, **gekennzeichnet dadurch**, daß mit Cyclohexan als Schleppmittel das Methanol unmittelbar nach der Destillation in der Kolonne (1) vom Rohsprit abgeschieden und über die nachgeschalteten Prozeßstufen der Dekantation und fraktionierten Blasendestillation als reines Produkt einerseits und der vom Methanol befreite Rohsprit andererseits gewonnen werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Kopftemperatur als Minimumsiedepunkt 58,5°C, der Sumpfdruck der Methanolkolonne 1:35 (auf Kopfabzug) und 1:3,5 (auf Zulaufprodukt) betragen.
3. Verfahren nach 1 und 2; **gekennzeichnet dadurch**, daß
 - die Zusammensetzung des Zulaufgemisches für den Abscheider

Cyclohexan	70 Vol.-%
Methanol	25 Vol.-%
Ethanol	4 Vol.-%
Wasser	1 Vol.-%
 - die Zusammensetzung der leichten Phase vom Abscheider

Cyclohexan	94–98 Vol.-%
------------	--------------
 - die Zusammensetzung der schweren Phase vom Abscheider

Methanol	30–35 Vol.-%
Ethanol	4–5 Vol.-%
Cyclohexan	max. 0,05 Vol.-%
Wasser Rest zu	100 Vol.-%

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Das erfindungsgemäße Verfahren findet in der Spirituosenindustrie bei der Reinigung von Sulfitlaugenrohsprit Anwendung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die in der Literatur beschriebenen und in der Praxis angewendeten Verfahren zur Abscheidung von Methanol aus Sulfitlaugenrohsprit arbeiten bei der Azeotropdestillation ausschließlich mit Benzin, Benzen oder Trichloräthylen als Schleppmittel.

Cz. B DD-PS 141822, DD-PS 14218.3, DD-PS 253814)

Als besonders nachteilig bei den bisher angewendeten Verfahren sind die hohe Korrosionsgefahr und die starke Belastung der Umwelt anzusehen.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung war es, ein Verfahren zu entwickeln, bei dem ein Schleppmittel zum Einsatz kommt, welches sich durch folgende Vorteile auszeichnet:

1. Erhöhung der Lebensdauer der eingesetzten Ausrüstungen und Anlagen
2. Einsatz von billigeren Werkstoffen für die Ausrüstungen, die mit dem Schleppmittel in Kontakt kommen
3. Leistungssteigerung der Anlage
4. Qualitätssteigerung des Rohsprits
5. Senkung der Ausbeuteverluste

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Methanolabscheidung von Sulfitlaugenrohsprit zu entwickeln, welches die Nachteile der bekannten Verfahren beseitigt und sich durch folgende Vorteile insbesondere auszeichnet.

1. Beseitigung der Korrosionsgefahr
2. Entlastung der Umwelt
3. Steigerung der Durchsatzleistung

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch das Zusammenwirken der erfindungsbedeutsamen Verfahrensparametern und der technologischen Schaltung folgender drei Verfahrensschritte

1. Azeotropdestillation des Rohsprits mit Cyclohexan als Schleppmittel
2. Abscheidung des Cyclohexans und Rückführung in den Destillationskreislauf
3. Fraktionierte Blasen-Destillation mit aufgesetzter Verstärkungssäule zur Aufarbeitung des methanolreichen Gemisches vom Abscheider gelöst.

Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens sind:

- Materialsubstitution von hochlegierten Stählen durch billigere Werkstoffe
- Steigerung der Durchsatzleistung um etwa 10%
- Reduzierter Schleppmitteleinsatz
- Ausbeuteverbesserung
- Erhöhung der Einsatzdauer des Schleppmittels (Cyclohexan) im Vergleich zu dem relativ instabilen Trichloräthylen infolge thermischer und katalytischer Zersetzung, damit entfallen die Deponieprobleme
- Einsparung von Heizdampf und Kühlwasser um etwa 3% bezogen auf eine Anlage, wo als Schleppmittel Trichloräthylen eingesetzt wird
- Reduzierung des Waschwasser-Einsatzes in den Abscheiderstufen
- Qualitätsverbesserung des Rohsprits

Ausführungsbeispiel

Der vorgewärmte methanolreiche Rohsprit und das Schleppmittel Cyclohexan werden der Kolonne (1) auf dem 40. Boden zugeführt. Dadurch wird eine gute Durchmischung der Produkte und verbesserte Methanolabtrennung erreicht. Der entmethanolisierte Rohsprit wird am Kolonnensumpf abgezogen, gekühlt und in Sammelbehälter abgeleitet. Durch die Zugabe von Cyclohexan bindet man das Methanol an dieses Schleppmittel und erhält ein ternäres Gemisch, das über Kopf der Kolonne (1) abgetrieben wird.

Das im Dephlegmator (2) anfallende Kondensat und ein Teil des im Kondensator (3) ablaufenden Kondensates gelangt bei gleichzeitigem Zusetzen von Frischwasser in den Abscheider (4) und wird dekantiert.

Die obere aus Cyclohexan bestehende Phase des Abscheiders (4) läuft in die Methanolkolonne (1) zurück, während die untere methanolreiche Phase im Zwischenbehälter (5) für die Aufarbeitung in der Destillierblase (6) gesammelt wird.

Bei der diskontinuierlichen Destillation in der Destillierblase (6) gehen die Gemischbestandteile nacheinander über Kopf, wobei das im Dephlegmator (7) anfallende Kondensat als Rücklauf zur Verstärkersäule der Blase zurückläuft. Die im Kondensator (8) anfallenden Produkte werden nacheinander als Fraktionen (Cyclohexan, Methanol und Ethanol) abgezogen. Das als erste Fraktion anfallende Cyclohexan wird im Waschzylinder (9) ausgewaschen. Die zwischen den Fraktionen abdestillierten Gemische werden auf den Zwischenbehälter (5) zurückgeführt.

Das Verfahren zeichnet sich durch folgende erfindungswesentliche Parameter aus:

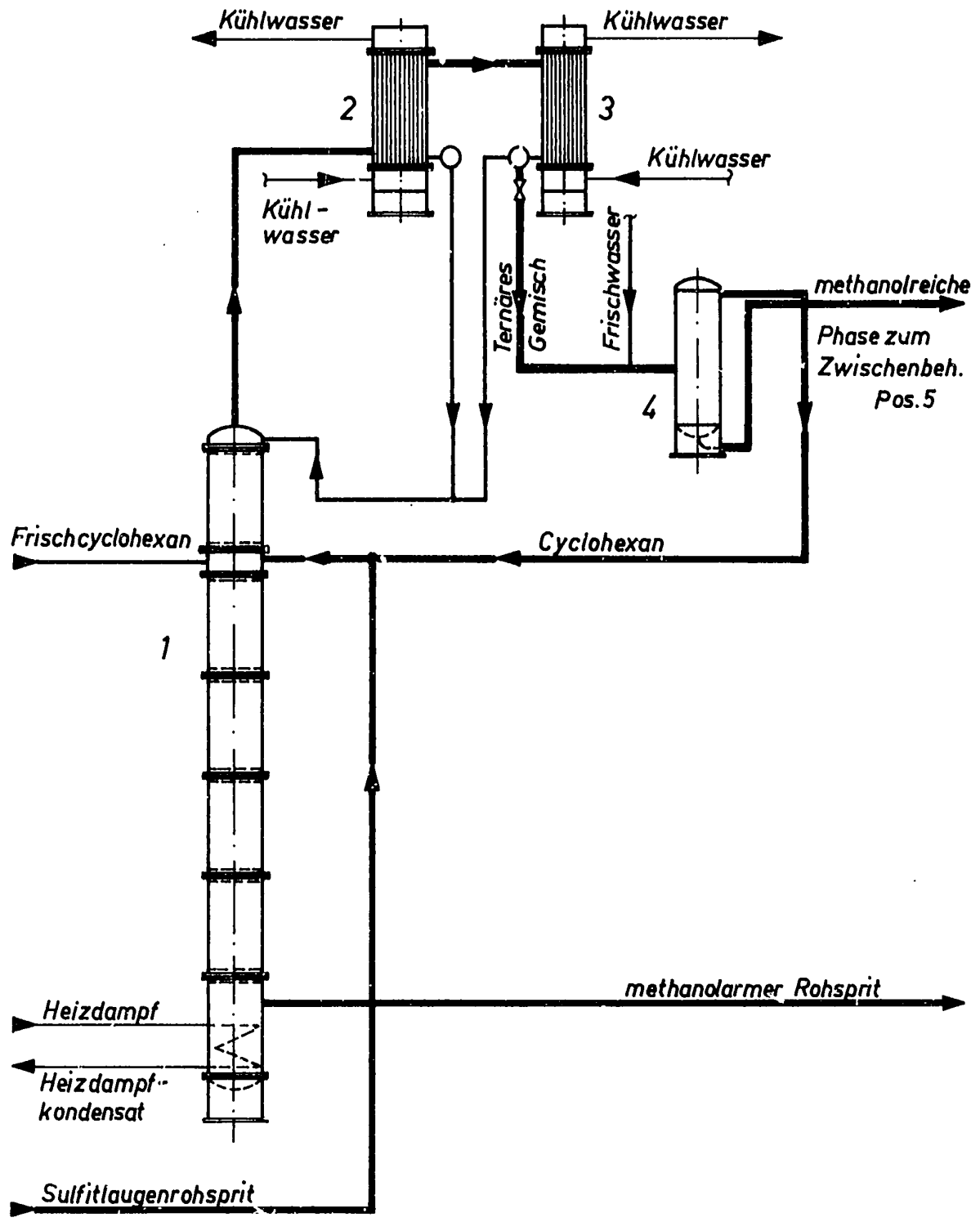
- Kopftemperatur
(Minimumsiedepunkt des azeotropen Dämpfegemisches der Methanolkolonne) 58,5°C
- Sumpfdruck der Methanolkolonne 2 000–2 500 mm WS
- Cyclohexan-Konzentration auf dem 50. Glockenboden der Methanolkolonne 20–60 Vol.-%
- Rücklaufverhältnis der Methanolkolonne 1:35 (auf Kopfabzug)
1:3,5 (auf Zulaufprodukt)
- Produkt-Ablauftemperatur am Kondensator der Methanolkolonne max. 35°C
- Zusammensetzung des Zulaufgemisches für den Abscheider

Cyclohexan	70 Vol.-%
Methanol	25 Vol.-%
Ethanol	4 Vol.-%
Wasser	1 Vol.-%
- Zusammensetzung der leichten Phase vom Abscheider

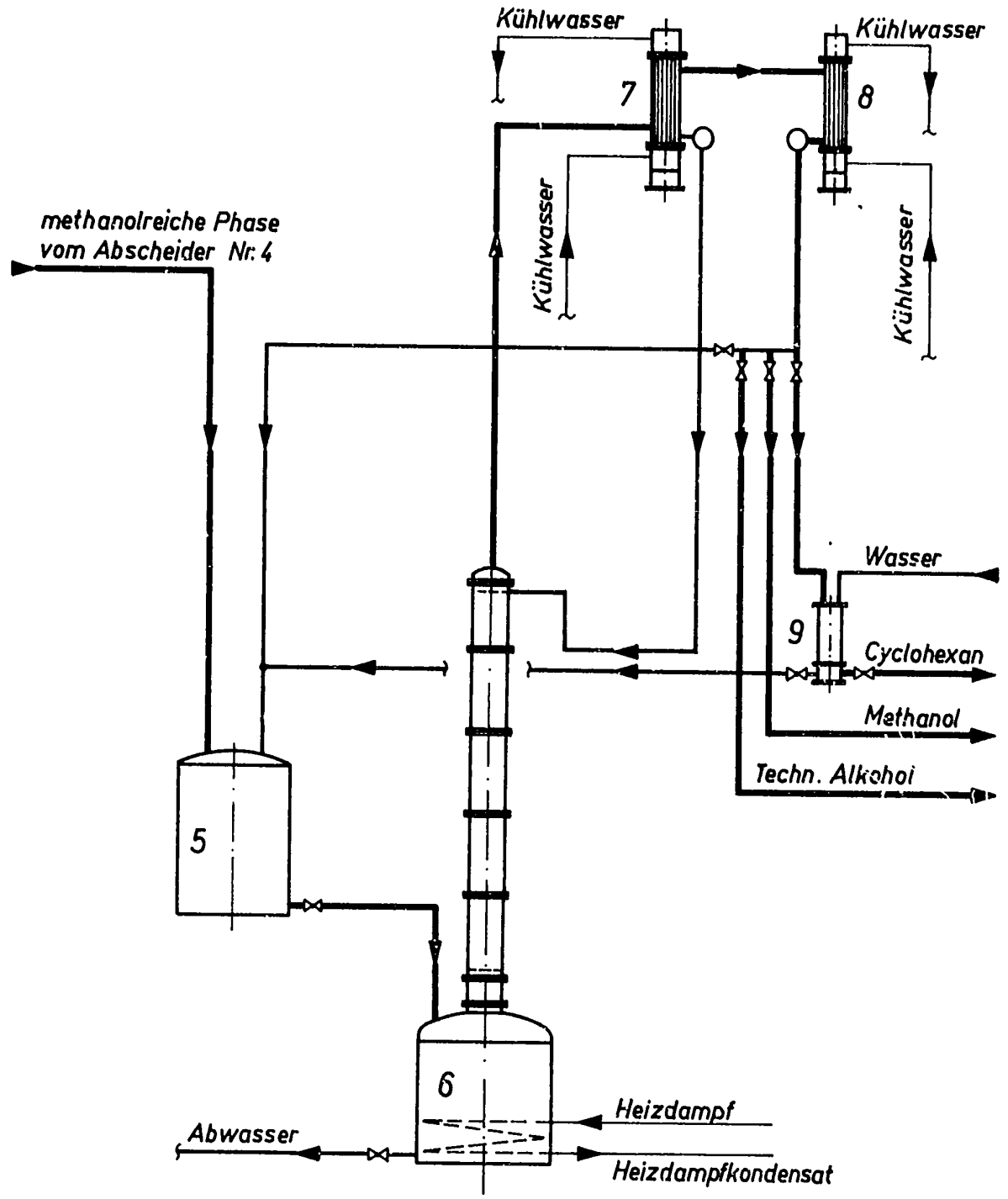
Cyclohexan	94–98 Vol.-%
------------	--------------
- Zusammensetzung der schweren Phase vom Abscheider

Methanol	30–35 Vol.-%
Ethanol	4–5 Vol.-%
Cyclohexan max.	0,05 Vol.-%
Wasser Rest zu	100 Vol.-%
- Temperatur im Abscheider max. 32°C
- Verhältnis der Volumina Waschwasser zu Abscheiderzulauf 0,5:1
- Kopftemperatur und Konzentrationen der jeweiligen Fraktionen beim Abtrieb über die Destillierblase

	Temperatur	Konzentration
Cyclohexan	60–62°C	
Zwischenlauf	62–63°C	bis 98,0 Ma.-%
Methanol	63–72°C	von 98,0 Ma.-% über 99 Ma.-% bis 98,0 Ma.-%
Zwischenlauf	72–74°C	von 98,0 Ma.-% bis 95 Ma.-%
Ethanol	74–78°C	von 95,0 Ma.-% bis 92 Ma.-%
Rest	über 78°C	unter 92,0 Ma.-% bis 0 Ma.-%



„Methanolabscheidung aus Sulfitlaugen-Rohspirit durch Destillation mit Cyclohexan“



„Methanolabscheidung aus Sulfitlaugen-Rohsprit durch Destillation mit Cyclohexan“