

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 147/2013
(22) Anmeldetag: 26.02.2013
(43) Veröffentlicht am: 15.03.2014

(51) Int. Cl.: **B01D 61/36** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
DE 102007040068 A1
WO 2008055051 A2
US 2010213125 A1
US 2010283489 A1
US 2012305484 A1
JP 01107805 A
JP 06145083 A
JP 2003093827 A

(71) Patentanmelder:
Vogelbusch Biocommodities GmbH
1050 Wien (AT)

(74) Vertreter:
ITZE P. DIPL.ING.
WIEN

(54) **Verfahren zum Trennen azeotrop siedender Flüssigkeitsgemische**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Trennen von azeotrop siedenden Flüssigkeitsgemischen, wobei das Endprodukt, z.B. ein dehydrierter Alkohol, durch Rektifikation in einem Kolonnensystem und mittels Dampfpermeation erhalten wird. Zur Verringerung des Frischdampfbedarfs und den apparativen und energetischen Aufwand möglichst gering zu halten, wird die dampfförmige Zufuhr an rektifiziertem Gemisch in die Dampfpermeation direkt einer Kolonne des Kolonnensystems oder als dampfförmiges Destillat ihrem Kondensationssystem entnommen und die dehydrierten Produktdämpfe (Retentatdämpfe) der Dampfpermeation in einem Reboiler einer Kolonne des Kolonnensystems, welche unter niedrigem Druck arbeitet als die besagten Produktdämpfe besitzen, zwecks zusätzlicher oder auch kompletter Beheizung der zuletzt besagten Kolonne kondensiert werden.

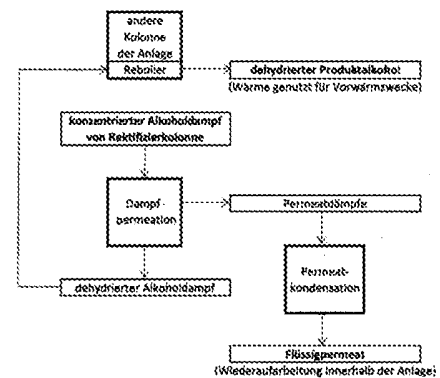


Fig. 1
Rektifikation / Dehydrierung von Rohalkohol
mit direkter Einspeisung von der Rektifikationskolonne in die Dampfpermeation

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Trennen von azeotrop siedenden Flüssigkeitsgemischen, wobei das Endprodukt, z.B. ein dehydrierter Alkohol, durch Rektifikation in einem Kolonnensystem und mittels Dampfpermeation erhalten wird. Zur Verringerung des Frischdampfbedarfs und den apparativen und energetischen Aufwand möglichst gering zu halten, wird die dampfförmige Zufuhr an rektifiziertem Gemisch in die Dampfpermeation direkt einer Kolonne des Kolonnensystems oder als dampfförmiges Destillat ihrem Kondensationssystem entnommen und die dehydrierten Produktdämpfe (Retentatdämpfe) der Dampfpermeation in einem Reboiler einer Kolonne des Kolonnensystems, welche unter niedrigem Druck arbeitet als die besagten Produktdämpfe besitzen, zwecks zusätzlicher oder auch kompletter Beheizung der zuletzt besagten Kolonne kondensiert werden.

Fig. 1

FÜR D. ANMELDER(IN):

26. FEB. 2013

PATENTANWALT

DIPL. ING. PETER ITZE

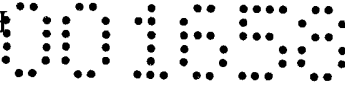


Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Trennen von azeotrop siedenden Flüssigkeitsgemischen, wobei das Endprodukt z.B. ein dehydrierter Alkohol, durch Rektifikation in einem Kolonnensystem und mittels Dampfpermeation erhalten wird.

Azeotrop siedende Flüssigkeitsgemische sind bekanntlich durch destillative Maßnahmen nicht direkt trennbar, da die Zusammensetzung der Flüssigkeit und des Gleichgewichtsdampfes gleich ist. Daher wurden bereits verschiedene Verfahren entwickelt, die Trennung solcher azeotrop siedender Flüssigkeitsgemische zu erreichen. Ein Weg ist die Verwendung von Permeationsmembranen, bei welchem die kleineren und/oder stärker polaren Moleküle durch die Membran durchgelassen werden, wogegen die größeren und/oder weniger polaren Moleküle zurückgehalten werden. Derartige Verfahren wie sie derzeit verwendet werden, haben einen hohen energetischen Aufwand, sodass der Erfindung die Aufgabe zugrunde liegt, diesen zu verringern. Neben den Dehydrierungseinheiten enthalten die Anlagen meistens verschiedene Kolonnen zur Entfernung von Begleitstoffen (z.B. Vor- und Nachlaufkomponenten aus dem Rohalkohol), um eine entsprechende Produktqualität zu erhalten. Um Energie einzusparen, arbeiten moderne Anlagen mit unterschiedlichen Druckniveaus für die Kolonnen, um eine Heizung der Kolonnen mit niedrigerem Druck mittels der Kopfdämpfe von Kolonnen mit höherem Druck zu ermöglichen. Eine Rektifikationskolonne für die Konzentration von vorgereinigtem Alkohol und die Entfernung von Nebenprodukten im Nachlauf arbeitet dabei beispielsweise unter dem höchsten Druck und ist damit auf jeden Fall der Hauptverbraucher vom Frischdampf.

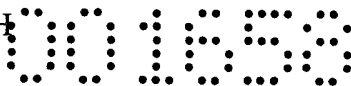
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde den Frischdampfbedarf zu verringern, indem bereits eingesetzte Wärme möglichst wirtschaftlich wiederverwendet wird. Kernpunkt der Erfindung ist die apparativ und energetisch möglichst optimale Nutzung der Kondensationswärme der dehydrierten Produktdämpfe aus der Dampfpermeation. Neben einer Nutzung dieser Abwärme für andere Sektoren einer Fabrik wie z.B. für



Eindampfanlagen und diverse Vorwärmzwecke bietet sich dabei als besonders günstig eine Abwärmenutzung direkt im Kolonnensystem selber an.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass die dampfförmige Zufuhr an rektifiziertem Gemisch in die Dampfpermeation direkt einer Kolonne des Kolonnensystems oder als dampfförmiges Destillat dem Kondensationssystem entnommen wird und die dehydrierten Produktdämpfe (Retentatdämpfe) der Dampfpermeation in einem Reboiler einer Kolonne des Kolonnensystems, welcher unter einem niedrigeren Druck arbeitet als die besagten Produktdämpfe besitzen zwecks zusätzlicher oder auch kompletter Beheizung der zuletzt besagten Kolonne kondensiert werden.

In Fällen, wo der Kopfdruck dieser Kolonne zu niedrig für eine direkte Einspeisung in die Dampfpermeation ist, kann das Gemisch in flüssiger Form der Kolonne oder als Kondensat ihrem Kondensationssystem entnommen werden, in einem Verdampfer unter erhöhtem Druck verdampft werden und erst danach in die Dampfpermeation als Zufuhr geleitet werden, wobei die dehydrierten Produktdämpfe zur Beheizung eines Reboilers vorzugsweise der vorstehend angeführten Kolonne oder einer anderen Kolonne des Kolonnensystems, welche unter niedrigerem Druck arbeitet als die Produktdämpfe besitzen, eingesetzt werden. Durch die Rückführung und damit Ausnützung der in den Produktdämpfen enthaltenen Energie wird eine besonders energieeffizientes Verfahren erzielt. Dabei kann das Kondensat des dehydrierten Endproduktes zur kompletten oder teilweisen Vorheizung von Zufuhrmedien in die Kolonne eingesetzt werden, aus der oder deren Kondensationssystem die dampfförmige Produktzufuhr in die Dampfpermeation erfolgt (bei der oben beschriebenen alternativen Verwendung eines Verdampfers zur Vorwärmung der Zufuhr in diesen). Damit wird eine optimale Ausnutzung der im Kondensat erhaltenen Wärmeenergie erzielt. Das Kondensat des dehydrierten Endproduktes kann auch zur kompletten oder teilweisen Vorheizung von Zufuhrmedien in die Kolonnen eingesetzt werden, aus der oder deren Kondensationssystem die flüssige Produktzufuhr in den Verdampfer vor der Dampfpermeation erfolgt. Auch damit ist es möglich, die Restenergie des Kondensats zielstrebig zu nutzen.

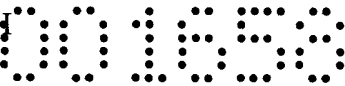


Besonders bevorzugt ist das Verfahren dann, wenn das azeotrop siedende Flüssigkeitsgemisch ein Ethanol-Wasser-Gemisch mit etwa 90 bis 97 vol.-% Ethanolgehalt ist.

In der Zeichnung sind zwei Ausführungsbeispiele des Erfindungsgegenstandes dargestellt. Figur 1 zeigt eine Rektifikation/Dehydrierung von Rohalkohol mit direkter Einspeisung von der Rektifizierkolonne in die Dampfpermeation. Figur 2 gibt eine Rektifikation/Dehydrierung von Rohalkohol mit Einspeisung von der Rektifizierkolonne über einen Verdampfer in die Dampfpermeation wieder.

Die in Figur 1 wiedergegebene Anlage ist für jenen Fall maßgebend, bei welchem der Arbeitsdruck der Rektifikationskolonne ausreichend ist, um den Dampf direkt in die Dampfpermeation einzubringen. Die Produktdämpfe werden von dem Kopf oder einem der Kopfböden der Kolonne direkt in das Dampfpermeationsmodul eingebracht. Die Kondensationsenergie des dehydrierten Alkohols wird zur kompletten oder teilweisen Beheizung einer Kolonne verwendet, die unter einem niedrigeren Druckniveau arbeitet. In Figur 1 ist diese Verwendung der dehydrierten Alkoholdämpfe gezeigt, indem bei der Kolonne ein Reboiler angedeutet ist, welcher zur Kondensation des dehydrierten Alkohols dient. Die in dem dehydrierten Produktalkohol enthaltene Wärmeenergie kann in weiterer Folge für Vorwärmzwecke verwendet werden. Die Permeatdämpfe der Dampfpermeation werden in einem Kondensator verflüssigt, wobei das Flüssigpermeat innerhalb der Anlage weiter verarbeitet und aufbereitet werden kann.

Bei der Anlage gemäß Figur 2 ist der Arbeitsdruck der Rektifikationskolonne niedriger als er für die Dampfdehydrierung benötigt wird, sodass das rektifizierte Hauptprodukt als Flüssigkeit aus der Kolonne entnommen und nach einer Vorwärmung in einen Verdampfer eingebracht wird, wobei der konzentrierte Alkoholdampf dann der Dampfpermeation unterzogen wird. Zur Vorwärmung des Produktes wird dehydriertes Alkoholkondensat aus dem Reboiler eingesetzt, welcher die Rektifizierkolonne heizt. Das Alkoholkondensat, das den Vorwärmer passiert hat, ist bereits abgekühlt, da die Wärme für die Vorwärmzwecke genutzt ist. Der aus der Dampfpermeation kommende dehydrierte Alkoholdampf wird, wie schon angeführt, im Reboiler zur teilweisen Beheizung der Kolonne eingesetzt und dabei



kondensiert. Dieses Kondensat wird, wie beschrieben, in den Vorwärmer eingeleitet. Die aus der Dampfpermeation abgezogenen Permeatdämpfe werden in einem Permeatkondensationssystem zu Flüssigpermeat, das innerhalb der Anlage wiederaufbereitet wird.

Wie aus Vorstehendem hervorgeht, kann die Kondensation des dehydrierten Alkoholdampfes in Abhängigkeit vom Druckniveau der Rektifikationskolonne für die teilweise Aufheizung der Rektifikationskolonne oder für die Beheizung einer anderen getrennten Kolonne mit niedrigerem Druckniveau dienen.

Die kondensierten Permeate aus dem Membranmodul können direkt und leicht innerhalb des Kolonnensystems weiter bearbeitet werden, wobei aufgrund des sehr geringen Anteils an Alkohol innerhalb des Permeates dieser bei Weiterverarbeiten einen praktisch vernachlässigbaren Einfluss auf den Wärmebedarf und die Kapazität der Kolonnen hat.

In jenen Fällen, in denen nur ein Teil des Produktes dehydriert werden soll, kann die thermische Integration der Dehydrierung in ähnlicher Weise erfolgen.

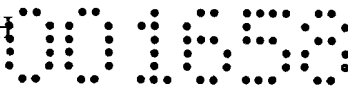
Das erläuterte erfindungsgemäße Verfahren kann auch für die Dehydration von Alkoholen verwendet werden, bei welchen die Reinheit des Endproduktes nicht so maßgebend ist, z.B. für Treibstoffethanol.

FÜR D. ANMELDER(IN):

26. FEB. 2013

PATENTANWALT

DIPL. ING. PETER ITZE



PATENTANWALT
DIPL. ING. PETER ITZE
1060 WIEN, AMERLINGSTRASSE 8
CHWALLAGASSE 4

Ansprüche

1. Verfahren zu m Trennen von azeotrop siedenden Flüssigkeitsgemischen, wobei das Endprodukt, z.B. ein dehydrierter Alkohol, durch Rektifikation in einem Kolonnensystem und mittels Dampfpermeation erhalten wird, dadurch gekennzeichnet, dass die dampfförmige Zufuhr an rektifiziertem Gemisch in die Dampfpermeation direkt einer Kolonne des Kolonnensystems oder als dampfförmiges Destillat ihrem Kondensationssystems entnommen wird und die dehydrierten Produktdämpfe (Retentatdämpfe) der Dampfpermeation in einem Reboiler einer Kolonne des Kolonnensystems, welche unter niedrigem Druck arbeitet als die besagten Produktdämpfe besitzen, zwecks zusätzlicher oder auch kompletter Beheizung der zuletzt besagten Kolonne kondensiert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gemisch in flüssiger Form einer Kolonne des Kolonnensystems oder als Kondensat ihres Kondensationssystems entnommen wird, in einem Verdampfer vorzugsweise unter erhöhtem Druck verdampft wird und erst danach in die Dampfpermeation als Zufuhr geleitet wird, wobei die dehydrierten Produktdämpfe zur Beheizung eines Reboilers vorzugsweise der vorstehend angeführtern Kolonne oder einer anderen Kolonne des Kolonnensystems, welche unter niedrigem Druck arbeitet als die Produktdämpfe besitzen eingesetzt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Kondensat des dehydrierten Endprodukts zur kompletten oder teilweisen Vorheizung von Zufuhrmedien in die Kolonne eingesetzt wird, aus der oder deren Kondensationssystem die dampfförmige Produktzufuhr in die Dampfpermeation erfolgt.
4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Kondensat des dehydrierten Endprodukts zur kompletten oder teilweisen Vorheizung von Zufuhrmedien in den

Verdampfer eingesetzt wird, aus dem die dampfförmige Produktzufuhr in die
Dampfpermeation erfolgt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Kondensat des dehydrierten
Endprodukts auch zur kompletten oder teilweisen Vorheizung von Zufuhrmedien in die
Kolonnen eingesetzt wird, aus der oder deren Kondensationssystem die flüssige Produktzufuhr
in den Verdampfer vor der Dampfpermeation erfolgt.

6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das azeotrop siedende
Flüssigkeitsgemisch ein Ethanol-Wasser-Gemisch mit etwa 90-97%vol. Ethanolgehalt ist.

FÜR D. ANMELDER(IN):

26. FEB. 2013

PATENTANWALT

DIPL. ING. PETER ITZE



001659

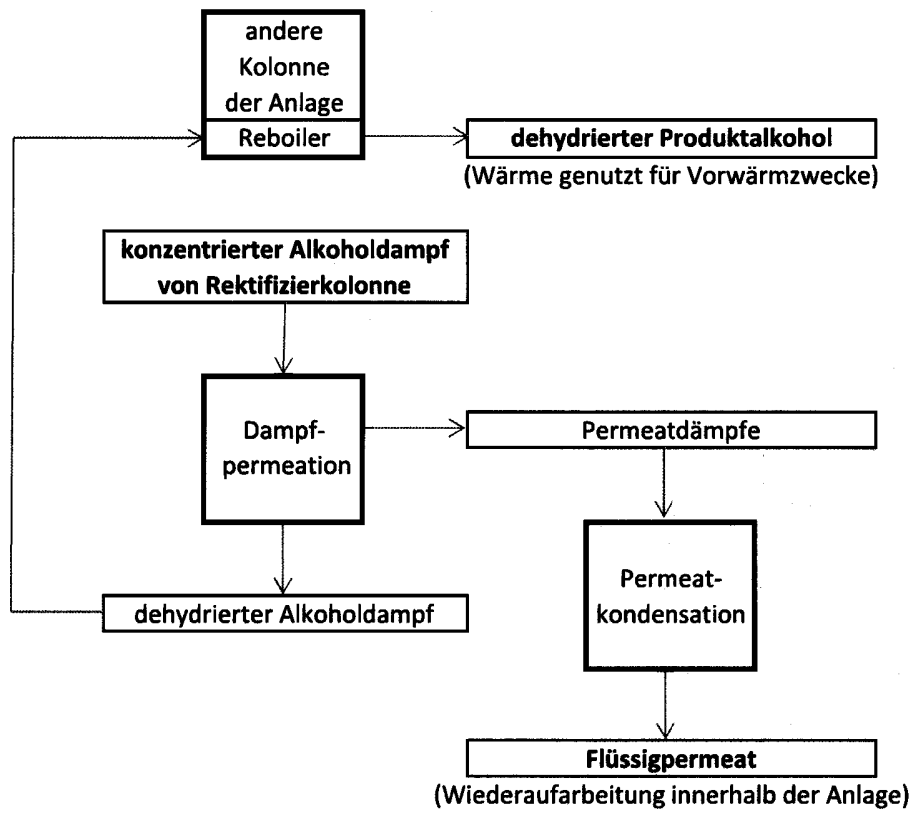


Fig. 1
Rektifikation / Dehydrierung von Rohalkohol
mit direkter Einspeisung von der Rektifizierkolonne in die Dampfpermeation

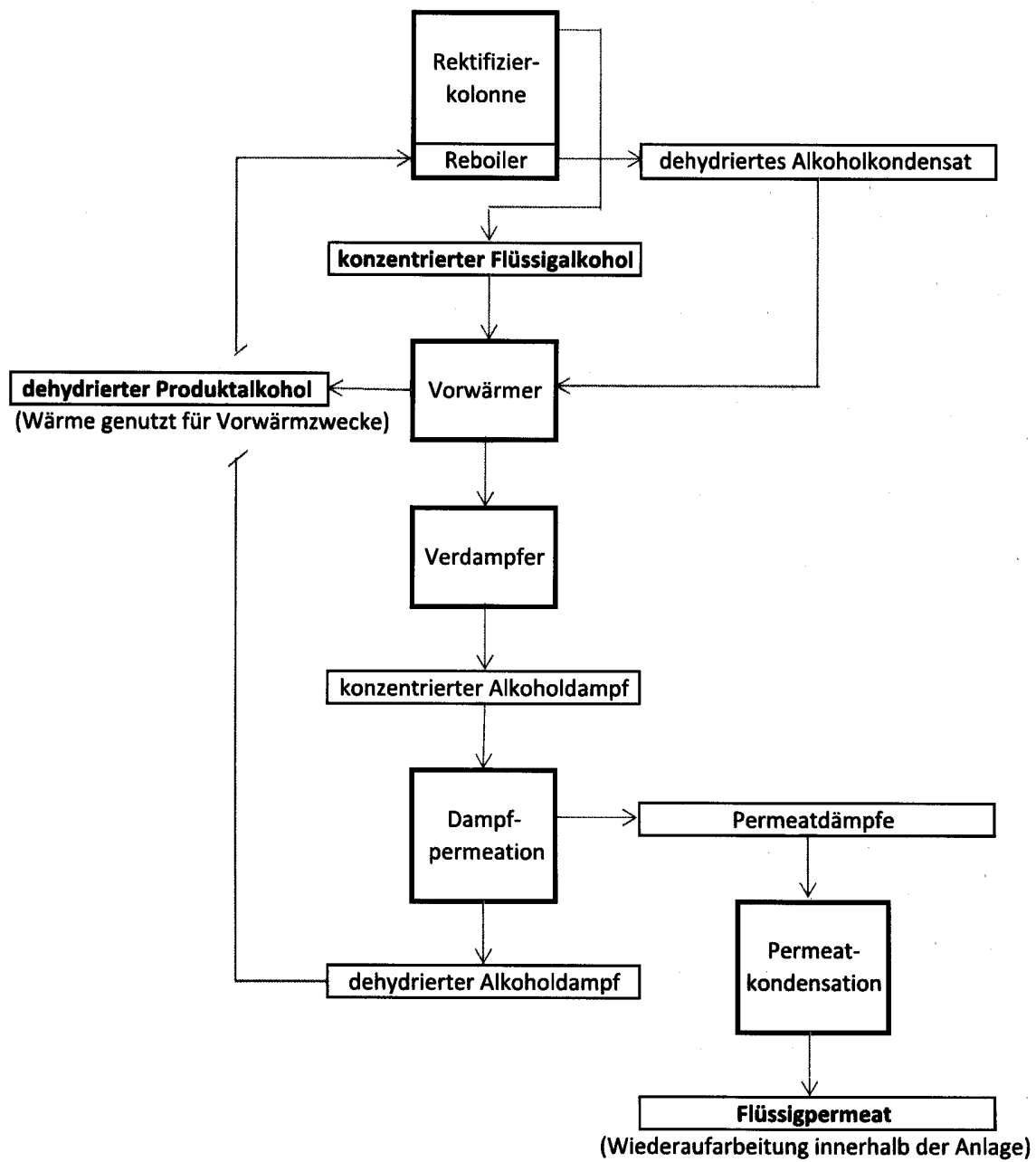


Fig. 2
 Rektifikation / Dehydrierung von Rohalkohol
 mit Einspeisung von der Rektifizierkolonne über einen Verdampfer in die Dampfpermeation