



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

2003 021

Int.Cl.<sup>3</sup>

3(51) C 12 F 1/08

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 12 F/ 2333 890 (22) 18.09.81 (44) 13.04.83

(71) siehe (72)

(72) BAHR, ALBRECHT, DR.-ING.; HOPPE, KLAUS, DR.-ING.; LEHMANN, HANS-JUERGEN, DIPL.-ING.; SCHUBERT, HANS, DIPL.-ING.; DD; BUEGER, WILFRIED, DIPL.-ING.; HYTREK, GERHARD, DIPL.-ING.; BERLIN, CHRISTIAN, DIPL.-ING.; REICHELT, REINER, DIPL.-ING.; DD; LESSIG, KLAUS, DIPL.-ING.; DD;

(73) siehe (72)

(74) GRUHL, HEINZ VEB CHEMIEANLAGENBAU/KOMB. LEIPZIG-GRIMMA 7240 GRIMMA, BAHNHOFSTR. 3/5

(54) VERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON ALKOHOL AUS WAESSRIGEN LOESUNGEN

(57) Die Erfindung dient zur Herstellung von Alkohol als Trinkalkohol, als pharmazeutischer oder chemischer Grundstoff oder als Treibstoff. Das Ziel der Erfindung besteht darin, aus alkoholhaltigen, wäßrigen Lösungen Feinsprit unter geringem energetischem und apparativem Aufwand zu gewinnen. Aufgabe der Erfindung ist es, die Abwärme, speziell Brüdenkondensationswärme zur Aufheizung der Rektifizierkolonne heranzuziehen und die Ausschleusung von Verunreinigungen aus derselben zu gewährleisten. Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß eine Destillationskolonne unter normalem oder geringem Überdruck und die Rektifizierkolonne mit Unterdruck betrieben werden, wobei der Unterdruck so festgelegt ist, daß eine Beheizung und Teilverdampfung des Flüssigkeitsstromes der Rektifizierkolonne unterhalb des Einlaufs bei Kondensation der Brüdenämpfe der Destillationskolonne und ausreichend Temperaturdifferenz gegeben ist. Gewinnung von Alkohol aus wässrigen Lösungen.

233389 0

1

a) Titel der Erfindung

Verfahren zur Gewinnung von Alkohol aus wäßrigen Lösungen

b) Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Gewinnung von Alkohol, insbesondere Feinsprit aus wäßrigen Lösungen, speziell Gärungsmaischen, durch Entgasung der Maische und Aufkonzentrierung der Verunreinigungen in einer Vorlaufkolonne sowie durch nachfolgende Destillation und Rektifikation. Dabei wird von der aus der Vorlaufkolonne entnommenen, gereinigten und auf Siedetemperatur erwärmten Maische ein angereichertes Alkohol-Wasser-Gemisch abgetrennt, nachfolgend kondensiert und schließlich als Flüssigkeitseinlauf in die Rektifizierkolonne geleitet, um in das Kopfprodukt Feinsprit und das Sumpfprodukt alkoholfreies Wasser aufgetrennt zu werden. Derartige Verfahren finden Anwendung zur Herstellung von Alkohol als Trinkalkohol, als pharmazeutischer und chemischer Grundstoff und als Treibstoff.

c) Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannterweise wird die Gärungsmaische in einer Destillationskolonne in ein alkoholfreies Sumpfprodukt, genannt Schlempe, und ein alkoholangereichertes Kopfprodukt aufgetrennt, das kondensiert und einer nachgeschalteten Rektifizierkolonne zugeleitet wird,

wo eine Auftrennung in konzentrierten Alkohol, genannt Feinsprit, und ein alkoholfreies Wasser, genannt Lutterwasser, erfolgt. In einer weiteren Kolonne, die entweder vor oder hinter der Destillationskolonne angeordnet sein kann, werden die leicht siedenden Verunreinigungen abgetrieben, aufkonzentriert und über den Kopf der Kolonne ausgetragen. Eine zusätzliche Wasserzugabe zur Auswaschung von Alkohol aus den leicht siedenden Verunreinigungen im Oberteil dieser Kolonne ist von Fall zu Fall vorgesehen.

Verfahren dieser Art sind mit einem erheblichen Wärme- bzw. Heizdampfverbrauch verbunden, da das in der Destillationskolonne abgetriebene Alkohol-Wasser-Gemisch verdampft wird und der in der Rektifizierkolonne abgetriebene Feinsprit einschließlich der 4- bis 5fachen Rücklaufmenge zu verdampfen sind. Andererseits stellt sich ein erheblicher Kühlwasserverbrauch ein, da schließlich das gesamte verdampfte Produkt kondensiert werden muß.

Zur Verminderung des Heizdampfverbrauches werden Verfahren beschrieben, bei denen die Brühdämpfe der Destillationskolonne direkt als Einlaufprodukt in die Rektifizierkolonne geleitet werden. Dabei sind allerdings Möglichkeiten einer Ausschleusung von Verunreinigungen nicht gegeben. Weiterhin ist als Begleiterscheinung der dampfförmigen Einlaufzugabe ein erheblicher Mehraufwand an Böden und eine Rücklauf-erhöhung in der Rektifizierkolonne notwendig, so daß diese Verfahren insbesondere zur Herstellung von Feinsprit als Trinkalkohol nur in den wenigsten Fällen eine praktische Anwendung finden.

Weiterhin ist gemäß AS 2 043 976 eine Möglichkeit der teilweisen Ausnutzung der Kondensationswärme der Brühdämpfe der Destillationskolonne zur indirekten

Beheizung der Rektifizierkolonne bekannt, wobei die Ausnutzung der Brüdenwärme durch die erforderlichen Temperaturdifferenzen zwischen der Brüden dampf- temperatur der Destillationskolonne und der Flüssigkeitstemperatur in der Rektifizierkolonne begrenzt ist. Ausgehend von einer erforderlichen Temperaturdifferenz ist auch die Anordnung eines Verdampfungskondensators im Oberteil der Rektifizierkolonne im Bereich von Rücklaufflüssigkeit mit einem Masseanteil von 70 bis 90 % Masse Alkohol festgelegt. Ca. 40 % der in den Brüden dämpfen der Destillationskolonne zur Verfügung stehenden Wärme lassen sich zur Beheizung der Rektifizierkolonne nutzen.

Schließlich wird eine Möglichkeit angegeben, anfallendes Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne, genannt Lutterwasser, zu entspannen und mittels der Brüden der Destillationskolonne über indirekte Beheizung teilzuverdampfen, wobei der mit niedrigem Druck anfallende Dampf mittels Dampfstrahlverdichter auf ein höheres Temperatur- und Druckniveau gebracht wird, so daß er zur Beheizung der Rektifizierkolonne eingesetzt werden kann. Weitere ca. 30 % der in den Brüden der Destillationskolonne anfallenden Kondensationswärme lassen sich auf solche Art nutzen.

Um die zur Verfügung stehende Wärmemenge der Brüden der Destillationskolonne restlos zur Beheizung der Rektifizierkolonne zu nutzen, wird weiterhin vorgeschlagen, eine Brüdenkompression mittels eines Brüdenkompressors vorzunehmen, eine Lösung, die einen ökonomisch nicht vertretbaren energetischen sowie apparativen Aufwand nach sich zieht.

Letztlich bleibt noch zu erwähnen, daß der Betrieb der Rektifizierkolonne vorrangig unter Normaldruck erfolgt, was mit einer hohen Sumpftemperatur von

über 100 °C verbunden ist, die zur Bildung von flüchtigen Zersetzungsprodukten beiträgt, die sich in Spuren ungünstig auf den Geruch sowie auf den Geschmack des Feinsprits auswirken.

d) Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, aus einer alkoholhaltigen wässrigen Lösung, beispielsweise Gärungsmaische, mit Hilfe einer Destillations- und Rektifikationskolonne Alkohol, vorrangig Feinsprit, abzutrennen, wobei sich dieser Prozeß unter geringem energetischem und apparativem Aufwand vollziehen muß.

e) Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein geeignetes Verfahren zu schaffen, mittels dessen Abwärme, insbesondere Brüdenkondensationswärme zur Beheizung der Rektifizierkolonne in einem sehr hohen Umfang genutzt wird, die Ausschleusung von Verunreinigungen vor der Rektifizierkolonne gewährleistet ist sowie eine Bildung von störenden Verunreinigungen in der Rektifizierkolonne vermieden wird.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, indem die Destillationskolonne unter normalem oder geringem Überdruck und die Rektifizierkolonne mit Unterdruck betrieben werden, wobei der Unterdruck so festgelegt ist, daß eine Beheizung und Teilverdampfung des Flüssigkeitsstromes der Rektifizierkolonne unterhalb des Einlaufs bei Kondensation des überwiegenden Teils der Brüdenämpfe der Destillationskolonne und bei ausreichender Temperaturdifferenz gegeben ist.

Außerdem wird der verbleibende geringere Teil nichtkondensierter Brüdenämpfe der Destillationskolonne

einschließlich der flüchtigen Verunreinigungen in den Sumpf einer Vorkolonne eingegeben, wo die Maische auf Siedetemperatur erhitzt und entgast wird und die flüchtigen Verunreinigungen aus der Maische mit den nichtkondensierten Brüdenresten der Destillationskolonne aufkonzentriert werden. Des Weiteren wird der bei der Entspannung des Sumpfproduktes der Rektifizierkolonne und durch die indirekte Beheizung dieses entspannten Produktes infolge teilweise kondensierender Brüden der Rektifizierkolonne entstehende Dampf niedrigeren Druckes einem Treibdampf höherer Druckes zugesetzt, wodurch der so gebildete Mischdampf zur direkten oder indirekten Sumpfheizung der Rektifizierkolonne Verwendung findet.

Neben der vollständigen Nutzung der Brüdenkondensationswärme der Destillationskolonne und der teilweisen Nutzung der Brüdenkondensationswärme der Rektifizierkolonne wird durch die Vakuumfahrweise der Rektifizierkolonne garantiert, daß sich keine qualitätsmindernden flüchtigen Verunreinigungen durch thermische Prozesse in der Rektifizierkolonne bilden.

f) Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nun anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

In einer Vorlaufkolonne 1, die am Kopf mit Normaldruck betrieben wird, werden 10 000 kg/h Gärungsmaische mit 8 Masseprozent Alkohol eingeleitet, die bereits durch Abwärme aus dem System auf 75 °C erhitzt wurde.

Nunmehr wird die Maische um weitere 15 °C auf 90 °C

erwärmt, so daß die alkoholhaltigen, leicht flüchtigen Bestandteile in den Kopf der Vorlaufkolonne 1 abwandern. Bei einer Einstellung des Rücklaufverhältnisses von  $R = 5$  kg Rücklauf/kg Ausschleusung werden in geringer Menge von 2 kg/h leichtflüchtige aufkonzentrierte Verunreinigungen abgenommen.

Die vorgewärmte und von flüchtigen Bestandteilen befreite Maische gelangt aus dem Sumpf der Vorlaufkolonne 1 über ein Ablaufrohr direkt auf den obersten Boden der Destillationskolonne 2, die mit einem Kopfdruck von 0,125 MPa betrieben wird. Aus der Destillationskolonne 2 entweicht über den Kopf als Brüden mit  $95^{\circ}\text{C}$  ein angereichertes Alkohol-Wassergemisch von 228 kg/h und 56 Masseprozent Alkohol, wohingegen im Sumpf der Destillationskolonne 2 1010 kg/h alkoholfreies Produkt als Schlempe bei einer Temperatur von  $110^{\circ}\text{C}$  abgezogen werden. Die Destillationskolonne 2 wird direkt mit 178 kg/h Mischdampf von 0,15 MPa beheizt, welcher über einen Dampfstrahlapparat 3 aus 131 kg/h Treibdampf von 1,0 MPa und 47 kg/h Zusatzdampf gebildet wird, wobei der Zusatzdampf bei Entspannung des Sumpfproduktes Schlempe auf einen Druck von 0,06 MPa, verbunden mit einer Abkühlung von  $110^{\circ}\text{C}$  auf  $85^{\circ}\text{C}$ , entsteht.

Die Brüden der Destillationskolonne 2 gelangen in den Verdampfungskondensator 4, in dem sie zum überwiegenden Teil, nämlich zu 72 Masseprozent, kondensiert werden. Ihre Kondensationswärme wird durch indirekten Wärmeaustausch an den unterhalb des Produkteinlaufs der Rektifizierkolonne 5 entnommenen Flüssigkeitsstrom 6 abgegeben, der sich aus Rücklaufflüssigkeit und Einlaufflüssigkeit zusammensetzt. Der Flüssigkeitsstrom wird hierbei als teilverdampfter Produktstrom nach dem indirekten Wärmeaustausch erneut in

Höhe der Entnahmestelle der Rektifizierkolonne 5 zugeführt.

Infolge der Wärmeabgabe von 72 kW kondensieren 164 kg/h Brüden, die bei einem Alkoholgehalt von 48 Masseprozent in die mit einem Kopfdruck von 0,07 MPa betriebene Rektifizierkolonne 5 einfließen. In der Rektifizierkolonne 5 wird aus der eingeleiteten alkoholangereicherten Flüssigkeit mit einem Rücklaufverhältnis von  $R = 4$  kg Rücklaufprodukt/kg Kopfprodukt das Kopfprodukt Feinsprit mit 32,7 kg/h sowie 94 Masseprozent Alkohol und 70 °C als Seitenstrom 7 abgetrennt. Zur Beheizung der Rektifizierkolonne 5 werden zusätzlich zur beschriebenen Beheizung mit dem Brüden der Destillationskolonne 46 kg/h Heizdampf in den Sumpf der Rektifizierkolonne 5 eingeleitet. Auf Grund der Entspannung von alkoholfreiem Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne 5 auf 0,025 MPa, zum Beispiel in einem Fallfilmverdampfer 8, verbunden mit gleichzeitiger Abkühlung von 95 °C auf 65 °C und einer zusätzlichen indirekten Beheizung der entspannten Flüssigkeit durch Brüden der Rektifizierkolonne 5 lassen sich 14 kg/h Zusatzdampf herstellen, die über einen Dampfstrahler 9 mit 32 kg/h Treibdampf von 1,0 MPa auf 46 kg/h Mischdampf von 0,1 MPa und 100 °C verdichtet werden und als Heizdampf zur Beheizung der Rektifizierkolonne 5 zur Verfügung stehen.

Der geringere Teil der Brüden der Destillationskolonne 2 mit 64,6 kg/h und einem Alkoholgehalt von 77 Masseprozent wird aus dem Verdampfungskondensator 4 dampfförmig abgezogen und in die Vorlaufkolonne 1

zur Aufheizung der Maische geleitet. Hierbei werden geringe Mengen leichtflüchtiger Bestandteile in dem Kopf der Vorlaufkolonne 1 aufkonzentriert und entfernt, während der größere Teil kondensiert und mit der Maische aus dem Sumpf der Vorlaufkolonne 1 über ein Ablaufrohr 10 direkt auf den obersten Boden 11 der Destillationskolonne 2 kommt. Die Zusammensetzung der auf den obersten Boden 11 der Destillationskolonne 2 geführten Flüssigkeit von 1062 kg/h ist durch 12 Masseprozent Alkohol gegeben.

Durch das erfindungsgemäße energiesparende Verfahren ist es möglich, mit 2,1 kg Heizedampf von 1,0 MPa 1 kg Feinsprit aus Gärungsmaische mit einem Alkoholanteil von mehr als 8 Masseprozent herzustellen.

Als weiterer Vorteil des Verfahrens stellt sich die Möglichkeit dar, ein qualitätsmäßig besonders gutes Produkt Feinsprit zu erzeugen durch folgende Maßnahmen:

- Ausschleusung von leichtflüchtigen Verunreinigungen aus der Maische und den alkoholreichen Dämpfen der Destillationskolonne 2 in der Vorlaufkolonne 1
- Vermeidung der Neubildung von Verunreinigungen durch thermische Prozesse infolge des Betriebes der Rektifizierkolonne 5 mit Vakuum und niedrigen Temperaturen
- Separater Abzug des Kondensates der Brüden der Rektifizierkolonne 5, das bei zusätzlicher indirekter Beheizung der entspannten Sumpfproduktflüssigkeit der Rektifizierkolonne 5 gebildet wird, und in dem schwersiedende Verunreinigungen auftreten, sowie Anwendung eines zusätzlichen Abzuges von fuselölreichem Produkt als Seitenabzug 12.

233389 0

9

Neben der vollständigen Nutzung der Brüdenkondensationswärme der Destillationskolonne 2 und teilweisen Nutzung der Brüdenkondensationswärme der Rektifizierkolonne 5 wird durch dieses Verfahren gewährleistet, daß ein von Verunreinigungen freier Feinsprit von hoher Qualität unter beachtlicher Energieeinsparung hergestellt wird.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Gewinnung von Äthanol, insbesondere Feinsprit, aus wäßrigen Lösungen, speziell Gärungsmaischen, durch Entgasung der Maische und Konzentrierung der Verunreinigungen in einer Vorlaufkolonne durch nachfolgende Destillation und Rektifikation, wobei in der Destillationskolonne aus der der Vorlaufkolonne entnommenen, gereinigten und auf Siedetemperatur erwärmten Maische ein angereichertes Alkohol-Wasserdampf-Gemisch abgetrennt, das nachfolgend kondensiert und als Flüssigkeitseinlauf in die Rektifizierkolonne geleitet wird, um in das Kopfprodukt Feinsprit und das Sumpfprodukt alkoholfreies Wasser aufgetrennt zu werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Destillationskolonne (2) am Dämpfeaustritt mit einem Überdruck von 0,12 bis 0,14 MPa und die Rektifizierkolonne (5) am Dämpfeaustritt mit einem Unterdruck von 0,06 bis 0,08 MPa betrieben und die Brühdämpfe der Destillationskolonne (2) zum größten Teil, vorzugsweise 60 bis 80 Masseprozent, ihre Kondensationswärme durch Teilkondensation und indirekten Wärmeaustausch an den unterhalb des Produkteinlaufs der Rektifizierkolonne (5) entnommenen, aus Rücklauf- und Einlaufflüssigkeit bestehenden Flüssigkeitsstrom (6) abgegeben und der Flüssigkeitsstrom (6) teilverdampft etwa in Höhe der Flüssigkeitsentnahmestelle wieder der Rektifizierkolonne (5) zugeführt wird.

2. Verfahren zur Gewinnung von Äthanol, insbesondere Feinsprit, aus wäßrigen Lösungen gemäß Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der nicht kondensierte,

geringere Teil (vorzugsweise 30 bis 40 Masseprozent) der Brügendämpfe in den Unterteil der Vorlaufkolonne (1) eingegeben wird.

3. Verfahren zur Gewinnung von Äthanol, insbesondere Feinsprit, aus wäßrigen Lösungen gemäß Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Rektifizierkolonne (5) direkt oder indirekt im Sumpf mit aus Treibdampf höheren Druckes und Zusatzdampf niedrigeren Druckes bestehendem Heizdampf beheizt und der Zusatzdampf durch indirekte Wärmeübertragung der Kondensationswärme teilkondensierender Brüden der Rektifizierkolonne (5) an entspanntes Sumpfprodukt der Rektifizierkolonne (5) oder Heizdampfkondensat bei Teilverdampfung erzeugt wird, wobei der Druck des Zusatzdampfes einer zugehörigen Sattedampftemperatur entspricht, die unter der Temperatur, vorzugsweise 2 bis 15 K der kondensierenden Brüden der Rektifizierkolonne (5) liegt.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

