

Warszawa, 8 lipca 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21588.

Kl. 6 b, 25.

Joseph Rennotte
(Paryż, Francja).

Sposób otrzymywania alkoholu absolutnego.

Zgłoszono 14 listopada 1932 r.

Udzielono 25 maja 1935 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy otrzymywania alkoholu absolutnego metodą azeotropową.

Jak wiadomo, sposób ten polega na ogrzewaniu przeznaczonego do odwodnienia alkoholu w obecności ciała, zwanego „porywaczem”, mieszającego się z alkoholem, lecz niemieszającego się z wodą, jak np. benzenu. W tych warunkach w kolumnie odwadniającej tworzy się mieszanina potrójna: woda-alkohol-porywacz, którą się oddestylowuje, podczas gdy alkohol absolutny pozostaje na spodzie kolumny.

Alkohol, przeznaczony do odwodnienia, należy uprzednio doprowadzić do odpowiedniego stężenia, które umożliwiłoby jego odwodnienie sposobem, opisanym poni-

żej; ten proces przygotowawczy wymaga zużycia pewnej ilości ciepła; proces zaś odwodnienia wymaga zużycia dodatkowo pewnych ilości ciepła.

Wynalazek niniejszy ma na celu zmniejszyć to zużycie całkowitej ilości ciepła przez połączenie procesu stężania alkoholu z procesem jego odwadniania, to jest przez wyzyskanie do odwadniania całej ilości lub części ciepła, potrzebnego do przeprowadzenia procesu stężania alkoholu.

W tym celu między urządzeniem, służącym do wytwarzania alkoholu, i urządzeniem, służącym do odwadniania, należy wytworzyć różnicę ciśnień, która umożliwi wytworzoną parom alkoholowym ogrzewanie urządzeń odwadniających. Można jed-

nak odwrotnie: podnieść temperaturę par alkoholowych, poddając je sprężaniu. Parę wodną, służącą do sprężania wspomnianych par alkoholowych, można doprowadzać do dolnej części aparatów destylacyjnych, w celu wyzyskania ciepła, w niej zawartego.

Doświadczenie wykazało, że ilość ciepła, zawarta w parach alkoholu o 96% objętościowych (stężenie największe, jakie można osiągnąć przy oczyszczaniu), przewyższa ilość ciepła, potrzebną do odwodnienia tego alkoholu.

Skoro więc w kolumnie rektyfikacyjnej otrzymuje się alkohol o stężeniu niższym od największego stopnia stężenia, wówczas zmniejsza się ilość ciepła, zawartego w parach alkoholowych, opuszczających kolumnę, zwiększa się natomiast ilość ciepła, potrzebna do odwodnienia alkoholu oczyszczonego. Wykonywając proces według wynalazku niniejszego można dobrać taki stopień stężenia alkoholu, przeznaczonego do odwodnienia, iż wspomniane powyżej ilości ciepła będą sobie równe. W ten sposób można zaoszczędzić wzmiankowane dodatkowe ilości ciepła, a wskutek tego i paliwo. Z powyższego wynika, iż można otrzymać alkohol absolutny, stosując jako materiał wyjściowy sok przefermentowany, zużywając do tego celu mniejsze ilości paliwa, niż to jest potrzebne do wytworzenia środkami znanymi alkoholu o 96% objętościowych.

Mieszaninę potrójną (woda-alkohol-porywacz), skroploną po wyjściu z kolumny do odwadniania, traktuje się zwykle wodą w takich warunkach, iż tworzą się po odstaniu dwie warstwy, z których jedna i druga zawiera trzy składniki mieszaniny potrójnej.

Według wynalazku niniejszego skroploną mieszaninę potrójną wstrząsa się energicznie z wodą, aby wytworzyła się emulsja.

Emulsja ta, pozostawiona w spokoju, rozdziela się na warstwę górną, zawierającą czysty porywacz, i warstwę dolną, zawierającą alkohol rozcieńczony, pozbawiony

porywacza. Alkohol ten wykazuje około 20% objętościowych w przypadku zastosowania benzenu jako porywacza; odpowiednio do tego reguluje się ilość wody, którą dodaje się do mieszaniny potrójnej.

Alkohol po stężeniu można doprowadzić do kolumny do odwadniania. Jego stężenie można przeprowadzać np. w kolumnie, ogrzewanej parami alkoholu, przeznaczonego do odwodnienia.

W przypadku stosowania porywacza, przy którym dekantacja emulsji nie byłaby tak doskonała, jak w przypadku stosowania benzenu, warstwę dolną, która wskutek obecności drobnych kropelek porywacza jest mętna, można odmętnić, poddając ją działaniu prądu elektrycznego. Przemieszczanie się cząstek zawieszonej cieczy zarówno pod działaniem pola elektrycznego, jak i pęcherzyków gazu, wytwarzanych w dolnej części warstwy na odpowiedniej elektrodzie, zapewnia doskonałą dekantację.

Rysunek przedstawia schematycznie, tytułem przykładu, jedną z postaci wykonania urządzenia według wynalazku niniejszego w przypadku, gdy odwadnianie uskutecznia się we względnej próżni.

Na rysunku litera *a* oznacza kolumnę rektyfikacyjną, która dostarcza produkt wysoko stężony, t. j. alkohol w stanie czystym lub zanieczyszczonym, przeznaczony do odwodnienia i pozbawiony niedogonu.

Litera *b* oznacza skraplacz, litera *c* — ogrzewacz rurowy, litera *d* — kolumnę odwadniającą, litera *e* — jej skraplacz, litery *f* i *g* oznaczają zbiorniki o stałym poziomie, do których napływa skroplona mieszanina potrójna i woda, służąca do jej traktowania. Literą *h* oznaczono mieszalnik mechaniczny, literą *i* — pompę, literą *j* — zbiornik do rozdzielania cieczy. Litera *k* oznacza część kolumny do destylowania alkoholu wodnego, otrzymanego przy traktowaniu wodą mieszaniny potrójnej, litera *l* — część kolumny do stężenia tego alkoholu, a litera *m* oznacza skraplacz tej kolumny.

Jedna część par alkoholowych, uchodzących z kolumny *a* przewodem *l*, jest kierowana do skraplacza *b*, druga — do ogrzewacza *c* i trzecia — do kolumny odwadniającej *d*, co jest możliwe dzięki próżni, panującej w tej kolumnie, która jest połączona przewodem *18* z pompą próżniową.

Pary, wprowadzone do skraplacza *b* w miejscu *2*, skraplają się i ciecz skroplona wypływa w miejscu *3* do zbiornika *36*, połączonego zapomocą przewodu *4* z atmosferą. Ciecz może być odprowadzona przewodem *5* i połączona z alkoholem oczyszczonym lub też może być skierowana zpowrotem do kolumny *a* przez przewód *6*, zaopatrzony w przyrząd *7*, kontrolujący rozchód.

Pary, skierowane do ogrzewacza *c*, przepływają przez przewód *8*, zaopatrzony w zawór *9*, który umożliwia miarkowanie ogrzewania. Pary te po skropleniu wracają do kolumny *a* przez przewód *10*, połączony z przewodem *6*.

Pary, zasilające kolumnę odwadniającą *d*, dopływają przewodem *11*, zaopatrzonym w zawór *12*, miarkujący to zasilanie.

Ogrzewanie kolumny *d* uskutecznia się zapomocą par alkoholu absolutnego, dopływających przez przewód *13* i pochodzących z alkoholu absolutnego, doprowadzanego z kolumny *d* do kolumny *c* przez przewód *14*. Przewód ten posiada odgałęzienie do odprowadzania ciekłego alkoholu absolutnego, zaopatrzone w zawór *15*. Alkohol doprowadza się do temperatury odpowiedniej zapomocą chłodnicy.

Pary wyżej wymienionej mieszaniny potrójnej, uchodzące z górnej części kolumny *d*, płyną przez przewód *16* do skraplacza *e*. Ciecz skroplona odpływa do zbiornika *17*, połączonego przewodem *18* z pompą próżniową (na rysunku niewidoczna). Ze zbiornika tego odprowadzony jest przewód *19*, zaopatrzony w cylinder szklany *20*, który pozwala śledzić spływanie cieczy, wracającej do kolumny *d*, oraz w przewód *21*, zaopatrzony w zawór, który

reguluje ilość mieszaniny, niewracającej do kolumny *d*; cylinder szklany *22* pozwala śledzić i mierzyć ilość tej części mieszaniny.

Podobne urządzenie, składające się ze zbiornika *g* o stałym poziomie i cylindra szklanego *23*, zaopatrzonego w zawór, pozwala regulować i mierzyć wypływ wody, dodawanej do mieszaniny potrójnej.

Mieszanina potrójna, połączona z wodą, dopływa przewodem *24* do mieszalnika mechanicznego *h*, w którym zostaje zemulgowana. Otrzymaną emulsję przepompowuje się zapomocą przewodu *25*, pompy *i* i przewodu *26* do naczynia dekantacyjnego *j*. Warstwa górna, utworzona w tym naczyniu i utworzona z benzenu, wraca do kolumny odwadniającej przewodami: *35* i *19*.

Warstwa dolna, którą stanowi alkohol, wykazujący mniej więcej 20% objętościowych i pozbawiony całkowicie benzenu, płynie do kolumny destylacyjnej i kondensacyjnej *k* — *l*. W kolumnie tej można wytworzyć, jak i w kolumnie odwadniającej, pewną próżnię zapomocą przewodu *30* i urządzenia, niewidocznego na rysunku, aby umożliwić jej ogrzewanie zapomocą par, uchodzących z kolumny *a*. Kolumna ta może jednak pracować pod ciśnieniem zwykłym. W tym przypadku przewód *30* nie łączy się z przewodem *18*, lecz uchodzi na zewnątrz urządzenia.

Pary, uchodzące z kolumny *l*, prowadzi się przewodem *28* do skraplacza *m* bądź całkowicie, bądź częściowo. W tym ostatnio wymienionym przypadku przewód, odgałęziony od przewodu *28* (na rysunku niewidoczny), jest zaopatrzony w zawór, zapomocą którego drugą część par doprowadza się do kolumny *d* na tej samej wysokości, na której znajdują się wyloty przewodów *33* i *11*. Alkohol, skroplony w skraplaczu *m*, wypływa przez zbiornik *29* (który może być połączony z pompą próżniową przewodami *30* i *18*). Część alkoholu spływa przez przyrząd do śledzenia i

mierzenia przepływu 31 i przewód 32 do kolumny 1; druga część może być skierowana zpowrotem do kolumny d zapomocą przewodu 33, zaopatrzonego w zawór 34.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania alkoholu absolutnego metodą azeotropową, w którym ciepło, zawarte w alkoholu, wypływającym z kolumny rektyfikacyjnej, zużywa się do ogrzewania kolumny odwadniającej oraz kolumny pomocniczej, utrzymywanych pod ciśnieniem niższym, znamieny tem, że w celu wytwarzania alkoholu absolutnego z wydatkiem ciepła mniejszym, niż przy wytwarzaniu alkoholu 95 — 96° Gay-Lussac'a, bieg kolumny, przygotowującej alkohol do odwadniania, nastawia się w ten sposób, że do talerzy odwadniających doprowadza się pary o mocy poniżej 95 — 96° Gay-Lussac'a, przyczem ilość rozporządzalnego ciepła w tych parach jest równa tej właśnie ilości, jaka jest niezbędna do nagrzewania kolumny odwadniającej oraz kolumny do stężania alkoholu wodnistego, odzyskanego z potrójnej mieszaniny, w celu odprowadzania alkoholu tego po stężeniu do kolumny odwadniającej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że alkohol, przeznaczony do odwodnienia, wprowadza się do kolumny odwadniającej w postaci pary.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że mieszaninę potrójną, skroploną po wyjściu jej z kolumny odwadniającej, wstrząsa się z wodą tak energicznie, aby wytworzyła się emulsja, która, pozostawiona w spokoju, rozdziela się na dwie warstwy, z których warstwę górną stanowi czysty porywacz, a dolną — alkohol 102-cieńczyony, pozbawiony porywacza.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tem, że warstwę dolną, utworzoną po zemulgowaniu mieszaniny potrójnej wodą i po pozostawieniu jej w spokoju, poddaje się działaniu prądu elektrycznego w celu usunięcia drobnych kropelek porywacza, jakie mogą ewentualnie pozostać w tej warstwie przed wprowadzeniem jej do kolumny stężącej, i to tylko w przypadku stosowania porywacza o gęstości bardzo bliskiej gęstości alkoholu wodnistego.

Joseph Rennotte.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

