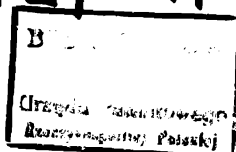


Warszawa, dnia 9 stycznia 1954 r.

C12f 1102

URZĄD PATENTOWY



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 35815

Kl. 6 b, 26

Les Usines de Melle*)

(Melle, Deux-Sèvres, Francja)

Ciągły sposób wytwarzania alkoholu o dużym stopniu czystości

Udzielono patentu z mocą od dnia 3 stycznia 1949 r.

Pierwszeństwo: 14 stycznia 1948 r. (Francja)

Już dawno rozwiązano problem wytwarzania alkoholu o dużym stopniu czystości w sposób przemysłowy, czyli alkoholu posiadającego wyjątkowo zapach etanolu czystego, przy czym produkt wyjściowy stanowiły ciecze wodno-alkoholowe o małej zawartości alkoholu, uzyskiwane przez fermentację substancji zawierających cukier, skrobię, cukier pochodzący z hydrolizy celulozy, albo wreszcie alkohole zanieczyszczone wysokoprocentowe, nazywane „flegmą”, pochodzące ze zwykłej destylacji.

We wszystkich produktach wyszczególnionych wyżej zawartość procentowa zanieczyszczeń w stosunku do alkoholu etylowego czystego wynosi średnio 5/10000 — 5/1000, przy czym zanieczyszczenia te stanowią kwasy, alkohole wyższego rzędu, estry octowe alkoholi wyższego rzędu lub estry etylowe kwasów wyższego rzędu, aminy, pochodne furfurołu itd.

Znane sposoby rektyfikacji umożliwiają uzyskiwanie alkoholu etylowego o wysokim stopniu czystości jedynie przez wydzielanie w aparatach destylacyjnych dużej ilości przedgonu i niedogonu, zawierających dużo alkoholu etylowego.

W ten więc sposób uzyskuje się pod postacią alkoholu nieczystego 15—25% alkoholu zawartego w przerabianych cieczach alkoholowych, co odpowiada 75—85%-wej wydajności alkoholu czystego. W alkoholu zanieczyszczonym stosunek zanieczyszczeń do alkoholu etylowego wzrasta z 5/10000 — 5/1000 do 3/1000 — 3/100. Wszystkie te alkohole zanieczyszczone stosuje się wyłącznie do celów podrzędnych, wskutek czego cena sprzedaży tych alkoholi jest znacznie niższa od ceny alkoholu o dużym stopniu czystości.

Proponowano sposób nazwany „hydroselekcją”, według którego bardzo rozcieńczoną ciecz alkoholową o zawartości nie większej niż 20 % alkoholu destyluje się w kolumnie zraszanej u jej szczytu gorącą wodą w sposób, który by umożliwiał utrzymywanie w kolumnie rozcień-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Maurycy Mainçon.

czonego alkoholu i uchodzenie zanieczyszczeń do górnej części kolumny, z której odprowadza się je bez zwracania. Oczyszczony alkohol pozostaje jako niedogon, który następnie w kolumnie rektyfikacyjnej doprowadza się do pożądanego stężenia. Zaletą tego sposobu jest zastosowanie wody gorącej, otrzymywanej u podstawy kolumny rektyfikacyjnej, do zraszania górnej części kolumny hydroselekccyjnej.

Sposób ten nie jest zadowalający, ponieważ z jednej strony otrzymany alkohol zawiera zbyt wiele zanieczyszczeń i aby otrzymać alkohol zupełnie czysty, trzeba go ponownie oczyszczać, z drugiej zaś strony zanieczyszczenia uchodzące z górnej części kolumny zawierają dużą ilość alkoholu, wskutek czego powstają znaczne jego straty.

Stwierdzono, że można uniknąć niedogodności poprzednich sposobów, otrzymując bardzo dokładnie oczyszczony alkohol w kolumnie hydroselekccyjnej przy bardzo małych stratach alkoholu przez zastosowanie sposobu według wynalazku, który umożliwia usuwanie w jednym zabiegu całości zanieczyszczeń, jednakże z wyjątkiem kwasów i metanolu w przypadku, gdy ciecz alkoholowa poddawana oczyszczaniu zawiera te składniki. Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie alkoholu, zawierającego mniej niż 5 g zanieczyszczeń w 1 hektolitrze, przy wydajności przekraczającej 98 % i przy usuwaniu zanieczyszczeń o takim stężeniu, w którym stosunek zanieczyszczeń do alkoholu byłby większy od 1.

Wynalazek obejmuje ciągły sposób wytwarzania alkoholu o wysokim stopniu czystości przez destylację cieczy o niskim stężeniu alkoholu w kolumnie oczyszczającej, która w dolnej swej części otrzymuje ilość ciepła, niezbędną do odpędzenia wszystkich zanieczyszczeń zawartych w alkoholu, ewentualnie z wyjątkiem kwasów i metanolu, przy czym kolumna w górnej swej części jest zasilana według znanej zasady hydroselekcji, gorącą cieczą wodną, którą zwraca się do kolumny po oddzieleniu zanieczyszczeń od par uchodzących u wierzchołka kolumny, przy czym po skropleniu par odprowadzanych z wierzchołka kolumny odciąga się z cieczy taką jej część, aby ilość zawartych w niej zanieczyszczeń, przeznaczonych do usunięcia, była równa ilości zanieczyszczeń, zawartych w cieczy alkoholowej zasilającej kolumnę, pozostałą zaś część cieczy skroplonej w wierzchołku kolumny zwraca się na półkę, do której doprowadza się ciecz zraszającą wodną, przy czym zwracanie zanieczyszczeń i zraszanie wodą prowadzi się tak, aby w górnej części kolumny wytworzyła się zupera względem par alkoholu i strefa gro-

madzenia zanieczyszczeń bardzo stężonych, w której stosunek zanieczyszczeń do alkoholu byłby większy od 1.

Najkorzystniej jest regulować zwracanie do zawartości 50 — 60, a zraszanie wodą w taki sposób, aby zawartość alkoholu na półkach stężących nie przekraczała 20%.

Oczyszczoną ciecz alkoholową przepuszcza się przez kolumnę rektyfikacyjną w celu otrzymania w części górnej kolumny czystego stężonego alkoholu, a w dolnej części wodę gorącą, którą zużywa się najkorzystniej do zraszania szczytu kolumny oczyszczającej.

Poniżej przytoczone przykłady, nie ograniczające zakresu wynalazku, odpowiadające dwóm urządzeniom aparatury, ułatwiają zrozumienie drogi, na jakiej wynalazek można urzeczywistniać. Na schematach przedstawiono kolumny zaopatrzone w parowe ogrzewanie wtryskowe, przy czym jest rzeczą jasną, że kolumny można ogrzewać również parą przeponową lub też w dowolny inny sposób.

Przykład I. Kolumnę oczyszczającą E (fig. 1) zasilą się flegmą, zawierającą 80 % wagowych alkoholu i pochodzącą z fermentacji melasy buraczkanej, w ilości 1250 kg na 1 godzinę, przy czym w dolnej części kolumny doprowadza się przewodem 10 parę wodną w ilości 80 kg na 1 hektolitr czystego alkoholu. Ciecz alkoholowa, uwolniona od zanieczyszczeń, odpływa przewodem 2 do kolumny rektyfikacyjnej R, w dolnej części której wprowadza się przewodem 11 parę wodną, przeznaczoną do ogrzewania kolumny służącej do stężenia alkoholu, jak to podano poniżej. Woda gorąca, oddzielona od alkoholu, spływa do kolumny R. 5500 kg na godzinę tej wody doprowadza się przewodem 3 za pomocą pompy P do górnego końca kolumny E; ilość ta stanowi około 550 % w stosunku do ciężaru alkoholu, zawartego w cieczy zasilającej. Resztę wody gorącej odprowadza się przewodem 4. Dzięki spłukiwaniu za pomocą tej pozostałości wytwarza się na górnych półkach kolumny E ciecz o bardzo silnym stężeniu zanieczyszczeń, którą odprowadza się przewodem 5 w ilości 22,5 kg na godzinę. Ciecz ta posiada następujący skład:

aldehydów	1,5 kg
estrów	1 kg
olejów	3 kg
alkoholu	5 kg
wody	12 kg

Zgodnie z wynalazkiem cały nadmiar cieczy destylowanej podlega zwracaniu w górnej części kolumny E, co odpowiada współczynnikiowi rzędu 60.

Alkohol rozcieńczony odpływa przewodem 2 do kolumny R i nie zawiera praktycznie żadnych zanieczyszczeń. Stęży się go do zawartości 93,5% wagowych. W celu zupełnego uwolnienia go od śladów produktów wonnych, np. amin i małych ilości lekkich estrów (octan etylowy), które mogłyby wytworzyć się w tej kolumnie ze względu na obecność kwasu, alkohol stężony odprowadza się przewodem 7 i oddziela go w kolumnie końcowej F, która ogrzewa się w dolnej części lekko od spodu, uzyskując w ten sposób z przewodu 9 1.057 kg alkoholu stężonego o dużym stopniu czystości i o mocy 93,5 % wagowych, zawierającego mniej niż 5 g zanieczyszczeń w 1 hektolitrze alkoholu, co odpowiada wydajności alkoholu powyżej 98,8 %.

W celu uniknięcia gromadzenia się na górnym końcu kolumny R choćby najmniejszych śladów produktów wonnych, poprzednio określonych, alkohol nagromadzony na górnym końcu kolumny R w ilości 1—2 % całej ilości uzyskanego alkoholu czystego zawraca się przewodem 6 do kolumny E.

Przykład II. Do części górnej kolumny E₂ (fig. 2) wprowadza się 30 000 kg na godzinę brzezki zanieczyszczonej, zawierającej 5 % alkoholu i pochodzącej z fermentacji soku buraczanego. Z brzezki tej oddziela się zanieczyszczenia w kolumnie E₂, a alkohol w kolumnie E₁ przez odpowiednie ogrzewanie parą doprowadzaną przewodem 11, umieszczonym w dolnej części kolumny E₁. Woda gorąca, pochodząca z brzezki uwolnionej od alkoholu, spływa przewodem 3. Pary alkoholu, uwolnione od zanieczyszczeń, przeprowadza się przewodem 2 do kolumny rektyfikacyjnej R, w dolnej części której wydziela się z nich alkohol przez ogrzewanie parą, doprowadzaną przewodem 12.

Całkowita ilość wody gorącej (flegmy) pozbawionej alkoholu spływa do dolnej części kolumny R i powraca przewodem 4 za pośrednictwem pompy P do górnej części kolumny E₃, przeznaczanej do stężenia zanieczyszczeń. Woda ta, której objętość wynosi mniej więcej 3000—3500 litrów na 1 godzinę (około 200 % w stosunku do alkoholu zawartego w cieczy zasilającej), umożliwia podnoszenie się par alkoholu w kolumnie E₃ i porywa je ku części dolnej do kolumny E₂. Ilość pary, przepływającej przez kolumny E₂ i E₃, reguluje się z pomocą zaworu a tak, aby zużycie pary w tych kolumnach w stosunku do traktowanego alkoholu wynosiło 50 kg na 1 hektolitr.

Zanieczyszczenia stężone usuwa się przewodami 5 i 5'. Przewodem 5 usuwa się zanieczyszczenia w rodzaju aldehydów i lekkich estrów, podczas gdy przewodem 5' odprowadza

się przede wszystkim estry cięższe i zanieczyszczenia w rodzaju związków amylovych. Ilość zanieczyszczeń usuwanych przewodami 5 i 5' wynosi 26,5 kg w ciągu 1 godziny. Zanieczyszczenia te posiadają skład następujący:

aldehydów	1,5 kg
estrów	3,2 kg
olejów	4,8 kg
alkoholu	5 kg
wody	12 kg

Cały nadmiar zanieczyszczeń stężonych, destylowanych na górnym końcu kolumny E₃, zawraca się do górnej części tejże kolumny E₃, co odpowiada współczynnikiowi rzędu 50. Rektyfikację końcową alkoholu o dużym stopniu czystości przeprowadza się, jak w przykładzie I, w kolumnie F, której zastosowanie w tym przypadku jest bardziej korzystne, ponieważ zespół kolumny E₃ oraz kolumny R umożliwia przepuszczanie pewnej ilości CO₂, zawartego początkowo w brzezce, który porywa ze sobą najdrobniejsze ślady nie dających się zważyć produktów wonnych, które jednak mogłyby skazić alkohol końcowy.

Ilość alkoholu czystego 93,5 %-owego w stosunku wagowym, uzyskana przewodem 9, równa się 1695 kg na godzinę, co odpowiada wydajności rzędu 99 %.

Nie wychodząc poza ramy wynalazku, można wprowadzać do opisanej powyższej metody pewne zmiany szczegółów, np. woda gorąca, wprowadzana na szczycie kolumny oczyszczającej, może zawierać pewien odsetek alkoholu. W przypadku przeróbki brzezki (fig. 2) umożliwia to usunięcie części dolnej kolumny rektyfikacyjnej R, znajdującej się poniżej zespołu przewodów 2. W przypadku tym wprowadza się na szczycie kolumny E₃ przewodem 4 za pośrednictwem pompy P ciecz o 3—4° (Gay-Lussac), która dopływa do najwyższej półki, do której przechodzą pary alkoholu pochodzące z kolumny E₁. W tych warunkach urządzenie ogrzewcze 12 jest zbędne.

Sposób według wynalazku nadaje się do rozdzielania cieczy alkoholowych pochodzących z fermentacji, np. soku buraczanego, czy melasy, oraz cieczy alkoholowych, uzyskiwanych przy scukrzaniu substancji zawierających skrobię, jak również brzeczek uzyskiwanych z ługów posulfitowych itd.

Zastrzeżenia patentowe

1. Ciągły sposób wytwarzania alkoholu o dużym stopniu czystości przez destylację cieczy alkoholowej o niskim stężeniu w kolumnie

oczyszczającej, która w dolnej części otrzymuje ilość ciepła niezbędną do odpędzenia wszystkich zanieczyszczeń zawartych w alkoholu, ewentualnie z wyjątkiem kwasów i metanolu, przy czym kolumna ta w górnej swej części jest zasilana gorącą cieczą wodną, którą zawraca się do kolumny po oddzieleniu zanieczyszczeń od par uchodzących w wierzchołku kolumny, znamienny tym, że po skropleniu par odprowadzanych z wierzchołka kolumny oczyszczającej odciąga się z cieczy skroplonej taką jej część, aby ilość zawartych w niej zanieczyszczeń, przeznaczonych do usunięcia, była równa ilości zanieczyszczeń, zawartych w cieczy alkoholowej zasilającej kolumnę, pozostała zaś część cieczy skroplonej zawraca się na półkę, do której doprowadza się wodną ciecz zraszającą, przy czym zawracanie zanieczyszczeń i zraszanie cieczą wodną prowadzi się tak, aby w górnej części kolumny wytworzyła się zaporą względem

par alkoholu, stanowiąca strefę gromadzenia się zanieczyszczeń bardzo stężonych, w której stosunek zanieczyszczeń do alkoholu byłby większy od 1.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że współczynnik zawracania flegmy w górnej części kolumny oczyszczającej wynosi 50 — 60.
3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tym, że zraszanie cieczą wodną reguluje się tak, aby zawartość alkoholu na półkach stężących kolumny oczyszczającej była stale mniejsza niż 20 % wagowych.
4. Sposób według zastrz. 1 lub 3, znamienny tym, że jako ciecz wodną do zraszania stosuje się pozostałości lub skropliny, pochodzące z kolumny rektyfikacyjnej.

Les Usines de Melle

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

FIG. 1

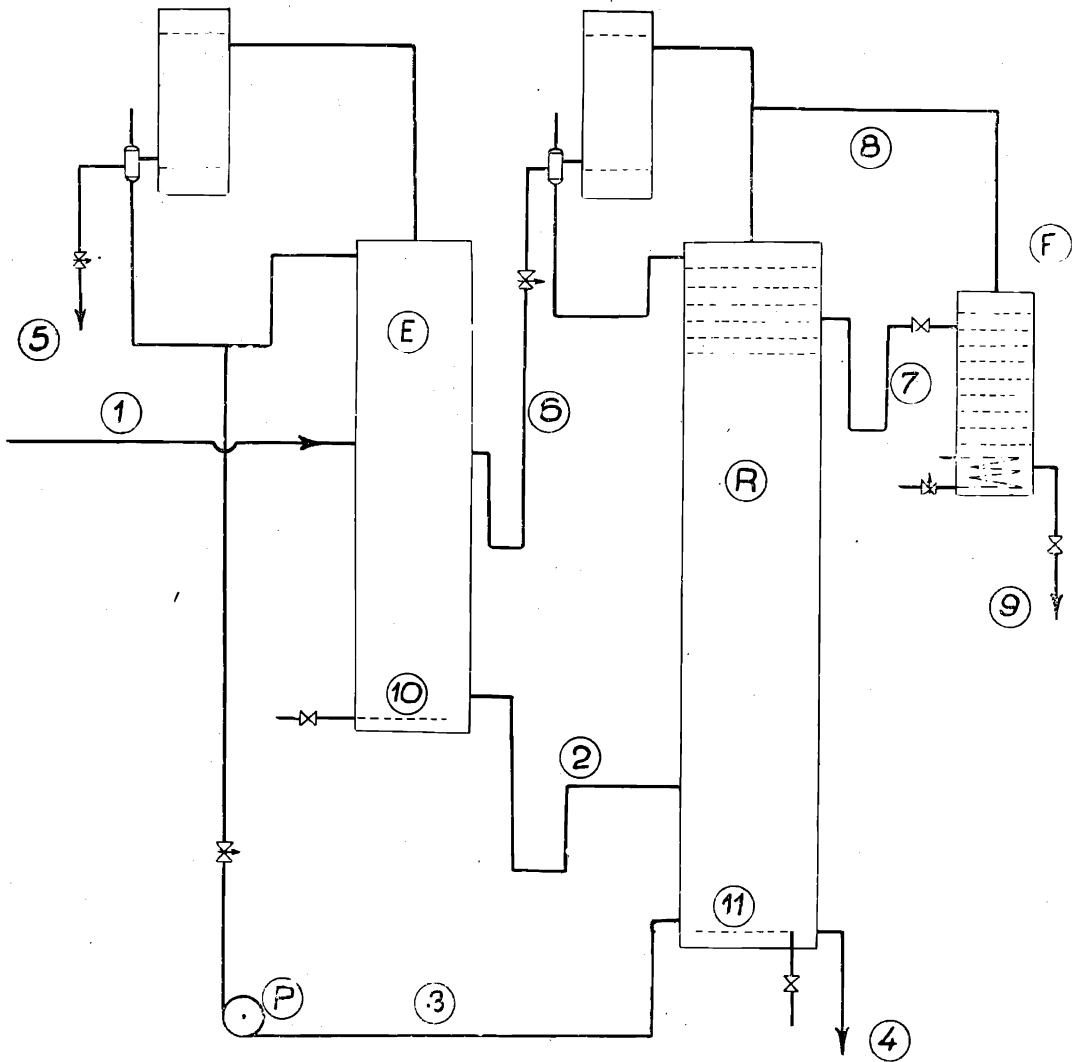


FIG 2

