

Warszawa, 7 marca 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



C12 f 1104

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25986.

Kl. 6 b, 26/10.

Państwowy Monopol Spirytusowy*)
(Warszawa, Polska).

Sposób otrzymywania czystego spirytusu odwodnionego.

Zgłoszono 25 kwietnia 1936 r.

Udzielono 29 grudnia 1937 r.

Problem otrzymywania spirytusu odwodnionego, oparty na znanym zjawisku azeotropii, znalazł już kilka rozwiązań, które jednak wymagają użycia skomplikowanej aparatury i są trudne do opanowania pod względem technicznym, a otrzymany spirytus odwodniony zawiera znaczną ilość zanieczyszczeń w postaci ubocznych produktów fermentacji (aldehidów, kwasów, fuzli itd.). Równocześnie metody obecnie stosowane są nieekonomiczne pod względem wyzyskania ciepła, całkowity bowiem proces odwadniania (główny i pomocnicze) zachodzi w kilku kolumnach ogrzewanych żywą parą.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób otrzymywania czystego spirytusu odwodnionego, prostszy i tańszy w porównaniu z istniejącymi, charakteryzujący się tym, że całkowity proces odwadniania i równoczesnego oczyszczania spirytusu zachodzi w jednej kolumnie rektyfikacyjnej, zaopatrzonej mniej więcej w połowie wysokości w nie pobierające ciepła z zewnątrz urządzenie grzejne, służące do przekazywania ciepła półkom kolumny, położonym powyżej tego urządzenia. Wynalazek umożliwia odwadnianie i oczyszczanie spirytusu niezależnie od jego mocy, właściwemu bowiem procesowi odwadniania poddawa-

*) Właściciel patentu oświadczył, że wynalazcą jest Dr Leon Kowalczyk w Warszawie.

ny jest dopiero alkohol stężony, a mianowicie o mocy zbliżonej do mieszaniny azeotropowej alkohol-woda (o 97,2% objętościowych alkoholu) o minimalnej temperaturze wrzenia ($78,15^{\circ}\text{C}$), pozbawiony ubocznych produktów fermentacji (olejów fuzlowych), wrzących wyżej od alkoholu etylowego. Otrzymuje się go przez odciągnięcie olejów fuzlowych w dolnej części kolumny od doprowadzanego spirytusu surowego, a następnie przez stężenie tego spirytusu, do którego doprowadza się wszystkie powrotne ciecze spirytusowe, otrzymywane podczas biegu fabrykacji.

Ponieważ cały proces odwadniania i oczyszczania zachodzi w jednej kolumnie, ogrzewanej tylko u dołu za pomocą pary w sposób bezprzeponowy (z zastosowaniem bełkotek) lub przeponowy (z zastosowaniem węzownicy, podgrzewacza - cyrkulatora), przeto sposób niniejszy zapewnia dużą ekonomię ciepła w porównaniu z dotychczas znanymi metodami odwadniania. Aby się uchronić od strat ciepła, kolumnę należy izolować na całej jej długości.

Aparatura, objęta wynalazkiem, działać może całkowicie lub częściowo pod ciśnieniem większym lub mniejszym od atmosferycznego, przy czym w części kolumny poniżej urządzenia grzejnego utrzymywane jest ciśnienie wyższe, niż w części kolumny powyżej tego urządzenia. Ma to na celu uzyskanie z jednej strony odpowiedniej różnicy temperatury między częścią dolną i górną kolumny, a z drugiej — odpowiedniego ciśnienia, niezbędnego do przetłoczenia stężonego alkoholu z urządzenia grzejnego do górnej części kolumny.

Przytoczony poniżej przykład oraz rysunek wyjaśniają jeden ze sposobów stosowania wynalazku.

Świeżą surówkę doprowadza się przewodem (4) do dolnej części (1) kolumny rektyfikacyjnej, w której następuje wzmocnienie doprowadzonego spirytusu oraz oddzielenie olejów fuzlowych. Oleje fuzlowe

odprowadza się przewodem (23). Do par stężonego alkoholu bezfuzlowego (jednak wraz z ubocznymi produktami fermentacji, wrzącymi w niższej temperaturze od alkoholu etylowego) dodaje się tuż poniżej urządzenia grzejnego (2) przewodem (5) jednego ze znanych środków azeotropujących i to w takiej ilości, że odciąga on częściowo lub całkowicie wodę od alkoholu wskutek utworzenia potrójnej mieszaniny azeotropowej: alkohol-woda-środek azeotropujący, wykazującej minimum temperatury wrzenia. Utworzona trójskładnikowa mieszanina azeotropowa wraz ze stężonym alkoholem jest przetłaczana pod działaniem wyższego ciśnienia, panującego w dolnej części kolumny, z urządzenia grzejnego kilkoma przewodami (6) w postaci cieczy lub pary na górne półki kolumny, na których równocześnie ilość środka azeotropującego zostaje uzupełniona do ilości, pozwalającej na całkowite odciągnięcie wody od alkoholu w postaci trójskładnikowej mieszaniny azeotropowej. Mieszanina skierowana do górnej części kolumny ulega w części (3) kolumny, powyżej urządzenia grzejnego, rozdzieleniu na trójskładnikową mieszaninę azeotropową wraz z łatwopolnymi zanieczyszczeniami spirytusu surowego lub dwuskładnikową mieszaninę azeotropową alkohol-środek azeotropujący (w przypadku nadmiaru tego ostatniego) oraz czysty alkohol odwodniony, który jako produkt o najwyższej temperaturze wrzenia ($78,3^{\circ}\text{C}$) spośród wszystkich składników, znajdujących się w kolumnie, spływa na dół i jest odprowadzany z urządzenia grzejnego (2) w postaci cieczy lub pary przewodem (24) do chłodnicy i zbiornika.

Głównym zadaniem urządzenia grzejnego (2) jest przekazywanie ciepła par części kolumny rektyfikującej półkom kolumny położonym powyżej tego urządzenia. Urządzenie to musi posiadać dużą powierzchnię ogrzewalną oraz przewody umożliwiające odciąganie trójskładnikowej

mieszaniny azeotropowej i alkoholu stężonego do górnej części kolumny w postaci cieczy lub pary.

Część trójskładnikowej mieszaniny azeotropowej, która wraz z zanieczyszczeniami spirytusu surowego, wrzącymi niżej od alkoholu etylowego, uchodzi rurą (7) do góry, skrapla się w jednym lub dwóch skraplaczach (8); część skroplin, uboga w łatwotłone zanieczyszczenia, wraca z powrotem do kolumny odwadniającej przewodem (9), druga część zostaje zadana wodą w mieszalniku (10), wskutek czego ulega rozwarstwieniu w rozdzielaczu (11). W celu usunięcia z warstwy górnej (zawierającej przede wszystkim środek azeotropujący) możliwie wszystkich zanieczyszczeń spirytusu surowego, które nie powinny być wprowadzane z powrotem do kolumny, należy stosować kilkakrotne przemywanie nieznaczną ilością wody w szeregu mieszalników (12) i rozdzielaczy (13).

W ten sposób lepiej wymywa się środek azeotropujący oraz żyżywa się mniejsze ilości wody, niż przy jednorazowym przemyciu większą ilością wody; ma to duże znaczenie pod względem ekonomii ciepła, mniej bowiem wody wprowadza się do kolumny rektyfikacyjnej w jej części stężącej. Uwalnianie uwodnionego alkoholu od ubocznych produktów fermentacji, wrzących niżej od alkoholu etylowego, uskutecznia się w sposób znany w tak zwanej kolumnie lekkich frakcji (14). Czysty alkohol uwodniony, wypływający z dołu kolumnienki lekkich frakcji przewodem (15), zostaje skierowany na odpowiednią półkę kolumny rektyfikacyjnej, gdzie ulega stężeniu.

Pozostała część trójskładnikowej mieszaniny azeotropowej jest odprowadzana o kilka półek niżej wierzchołka kolumny rurą (16) oraz poddawana skropleniu w skraplaczach (17) i dodatkowemu chłodzeniu w chłodnicy (18), a następnie ulega rozwarstwieniu w rozdzielaczu (19); warstwa

górna (środek azeotropujący) wraca do kolumny przewodem (20), warstwa zaś dolna jest zadawana wodą w celu odmycia reszty środka azeotropującego w mieszalniku (21). Po ponownym rozwarstwieniu w rozdzielaczu (22) resztę środka azeotropującego dołącza się do głównej ilości, a alkohol uwodniony skierowuje przewodem (27) na odpowiednią półkę kolumny rektyfikacyjnej w części (1), na której ulega on stężeniu.

Woda wywarowa odpływa z kolumny przewodem (25), przy czym chcąc wyzyskać jej ciepło można użyć jej do podgrzewania spirytusu surowego, płynącego do kolumny.

Do podgrzewania kolumny zastosowano w omawianym przykładzie podgrzewacz-cyrkulator (26); do tego celu może być również zastosowana węzownica lub bełkotka.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania czystego spirytusu odwodnionego z roztworów wodnych, oparty na zasadzie znanego zjawiska azeotropii, znamienny tym, że całkowity proces odwadniania i oczyszczania przeprowadza się w jednej kolumnie rektyfikacyjnej, zaopatrzonej w połowie wysokości w urządzenie grzejne (2), służące do przekazywania ciepła par z dolnej części kolumny półkom kolumny, położonym powyżej tego urządzenia.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do par stężonego alkoholu poniżej urządzenia grzejnego dodaje się jednego ze znanych środków azeotropujących w ilości, pozwalającej na częściowe odebranie wody od spirytusu, a otrzymaną trójskładnikową mieszaninę azeotropową (alkohol-woda-środek azeotropujący) wraz z alkoholem stężonym odciąga się w postaci pary lub cieczy i kieruje do górnej części kolumny doprowadzając do tej części kolum-

ny jednocześnie dodatkową ilość środka azeotropującego, dostateczną do całkowitego odebrania wody od spirytusu.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że w części kolumny, znajdującej się poniżej urządzenia grzejnego, utrzymuje

się ciśnienie wyższe niż w części kolumny, znajdującej się powyżej tego urządzenia.

P a ń s t w o w y M o n o p o l
S p i r y t u s o w y.

