



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

207052
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 31/08

(22) Přihlášeno 23 01 79
(21) (PV 516-79)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 15 10 83

(75)

Autor vynálezu

UHER JIŘÍ ing. CSc., VELKÉ PŘÍLEPY, KUBÁNEK VLADIMÍR doc.
ing. CSc., KRALUPY NAD VLTAVOU, GRÉGR VRATISLAV prof. dr.
ing. DrSc., KRÁLÍČEK JAROSLAV prof. ing. DrSc. a VERUOVIČ BUDI-
MÍR ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob úpravy lihu

Vynález se týká způsobu úpravy lihu, zejména pak odstraňování nežádoucích přítomných aldehydů.

Kvasný líh vyráběný ze zemědělských i ostatních průmyslových surovin obsahuje větší nebo menší množství nečistot zejména aldehydů, které se při destilační rafinaci velmi obtížně odstraňují. Je to podle posledních poznatků zejména akrolein, který i ve stopových množstvích velmi nepříznivě ovlivňuje senzorické vlastnosti pitného lihu. Přítomnost stopových množství akroleinu v rafinovaném lihu je většinou způsobena nežádoucí mikrobiální kontaminací při kvasném procesu. I nepatrná množství takto vzniklého akroleinu není možno současnou rafinační technikou z lihu úplně odstranit a v důsledku toho dochází k znehodnocování finálního výrobku.

V syntetickém ethanolu vyráběném přímou hydratací ethylenu se vyskytuje ve větším množství vedle octaldehydu též krotanaldehyd (buten-(2)-al) předběžně vlivem znečištění výchozí suroviny ethylenu acetylenem za podmínek přímé hydratace. Z přítomného acetyleny vzniká za podmínek přímé hydratace acetaldehyd a dále pak aldolovou koncentrací a následující dehydratací krotanaldehyd. V surovém syntetickém ethanolu se vyskytují uvedené aldehydy podle znečištění výchozí suroviny v množství ko-

lem 1 až 3 g v litru. Při využití syntetického ethanolu k fermentačním i k jiným technickým účelům je nutno přítomný krotanaldehyd z lihu odstranit. K odstranění krotanaldehydu ze syntetického ethanolu se v současné době používá zejména katalytické hydrogenace. Provedení této operace je však podmíněno použitím speciálního reaktoru a příslušného katalyzátoru. Způsob rafinace syntetického ethanolu katalytickou hydrogenací je tedy nákladný a náročný na technické prostředky.

I další způsob rafinace syntetického lihu extraktivní destilací, jímž by bylo možno krotanaldehyd odstranit je velmi náročný na technické zařízení i energii, protože je v tomto případě nutné extrémní ředění nástriku.

Nedostatky dosud známých způsobů rafinace lihu do značné míry odstraňuje způsob úpravy lihu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se líh o obsahu 10 až 70 % obj. ethanolu uvede do styku s polymerními sorbenty se sorpční afinitou k aldehydům ze skupiny polyesterů, polyamidů, akrylonitril-butadien-styrenových polymerů, esterů celulosy, polyfenylenoxidů nebo jejich směsí, popřípadě ve směsi s anorganickými sorbenty, v množství od 0,5 do 40 % hmot., například ve směsi s aktivním uhlím, perlitem a křemelinou, vztaženo na celkovou hmotnost. Ob-

zvláště dobrých výsledků se shora uvedeným postupem dosáhne, jestliže se na lih působí při teplotě do 30 °C. Jestliže se lih uvádí do styku s polymerním sorbentem stacionárně, pak se optimálních výsledků dosahuje, jestliže se polymerní sorbent použije v množství od 0,03 do 3 % hmot. vztaženo na hmotnost lihu. Tím se zajistí dosažení maximálního využití sorpční kapacity sorbentu. Jestliže se lih uvádí do styku s polymerním sorbentem dynamicky na koloně, pak je optimální průtoková rychlost 0,1 až 5 ml/cm²/min při dávkování v množství od 0,01 do 5 % hmot., vztaženo na proteklé jednotlivé množství upravovaného lihu.

Výhodou tohoto postupu je kontinualizace procesu a plynulé doplňování sorbentu podle úbytku jeho sorpční kapacity.

Lih upravený postupem podle vynálezu je prakticky zbaven aldehydů, čímž se v případě pitného lihu zaručí zlepšení sensorických vlastností a umožní použití jakostně horšího lihu k výrobě značkových a exportních lihovin.

Odstraněním krotonaldehydu v případě syntetického ethanolu se umožní využití tohoto lihu k fermentačním a dalším technickým účelům, aniž by se musela podstoupit jiná nákladná rafinace jako je katalytická hydrogenace nebo extraktivní destilace. Způsob podle vynálezu umožní ekonomické využití polymerních sorbentů tím, že je možno tyto sorbenty po vyčerpání sorpční kapacity poměrně snadno regenerovat nasycenou vodní parou při teplotě 110 až 130 °C. Způsob podle vynálezu je výhodný také v tom, že uvedené polymerní sorbenty se vyznačují rychlou sorpcí, vysokou účinností, snadnou smáčivostí a rychlou sedimentací. Vzhledem k různému obsahu odstraňovaných látek a jejich různému obsahu vzájemného poměru se dají s výhodou polymerní sorbenty vzájemně kombinovat i s anorganickými sorbenty.

Použitím způsobu podle přihlášeného vynálezu se otvírá možnost dočišťování pitných lihů k výrobě značkových a exportních lihovin.

Výhody způsobu podle vynálezu a možnosti využití vyplývají z dále uvedených příkladů.

Příklady provedení

Příklad 1

Jemný lih s obsahem 11 mg acetaldehydu a 0,4 mg akroleinu v 1000 ml abs. alkoholu se upraví destilovanou nebo změkčenou vodou na obsah alkoholu 50 % obj., načež se přidá v míchacím zařízení, polymerní sorbent připravený v práškovité formě, v daném případě z polyethylentereftalátu v množství 50 g na 100 litrů upravovaného lihu. Připravená směs se za stálého míchání nechá působit 2 hodiny. Potom se lih oddělí a použije například k výrobě vodky nebo jiných lihovin. Touto úpravou se získá lihový roztok zcela zbavený aldehydů a zlepšených sensorických vlastností. Stejného účinku je možno dosáhnout i při použití poly-6-kaprolaktamu jako

polymerního sorbentu, v množství 3200 g a za stejných podmínek.

Příklad 2

Surový syntetický ethanol upravený na obsah alkoholu 70 % obj. s obsahem 957 mg krotonaldehydu/1000 ml lihu je veden přes kolonu naplněnou polymerním sorbentem v práškovité formě, připraveným z acetátu celulosy o stupni acetylce 1 až 2,7. V daném případě bylo použito acetátu celulosy o stupni acetylce 2,2, při průtokové rychlosti 0,225 ml/cm² min. Lih vytékající z kolony je úplně zbaven krotonaldehydu, takže může být přímo použit k fermentačním účelům jako zdroj uhlíku a energie pro růst produkčních mikroorganismů. Po vyčerpání sorpční kapacity kolony se přikročí k parní regeneraci, přičemž se sorbované látky uvolní ze sorbentu nasycenou vodní parou při teplotě 110 až 130 °C.

Příklad 3

Jemný lih s obsahem 14 mg acetaldehydu a 0,5 mg akroleinu v 1000 ml abs. alkoholu se upraví destilovanou vodou na obsah alkoholu 50 % obj., načež se čerpá přes dávkovací zařízení do naplavovacího filtru. Dávkovací zařízení se nastaví tak, aby na každý proteklý litr lihu bylo přimícháno 5 g polymerního sorbentu v práškovité formě. Polymerní sorbent v tomto případě vykazoval následující složení: polyethylentereftalát 50 % hmot., poly-6-kaprolaktam 45 % hmot., aktivní uhlí 5 %. V průběhu filtrace vytvoří průběžně dávkovaný polymerní sorbent na filtračních elementech sorpční vrstvu, kterou upravovaný lih protéká. Popsanou operací je lihový roztok úplně zbaven acetaldehydu i akroleinu a tím jsou významně zlepšeny i jeho sensorické vlastnosti s ohledem na jeho další použití například k výrobě vodky, ginu a dalších lihovin.

Příklad 4

Postup jako u příkladu 3 s tím rozdílem, že jako polymerního sorbentu bylo použito v práškovité formě směsi acetátu celulosy o stupni acetylce 2,2 a perlitu v poměru 9 : 1 v dávce 8 g/litr.

Příklad 5

Postup jako u příkladu 3 s tím rozdílem, že jako polymerního sorbentu v práškovité formě bylo použito směsi akrylonitrilbutadien styrenového polymeru a křemeliny v poměru 9 : 1 v dávce 7 g/litr.

Příklad 6

Postup jako u příkladu 3 s tím rozdílem, že jako polymerního sorbentu v práškovité formě bylo použito směsi polyfenylenoxidu a aktivního uhlí v poměru 8,5 : 1,5 v dávce 4 g/litr.

Příklad 7

Surový syntetický ethanol upravený na ob-

sah alkoholu 65 % obj. obsahující 1220 mg krotonaldehydu v 1000 ml byl veden přes kolonu naplněnou polymerním sorbentem v práškovité formě na bázi polyfenylenoxidu při průtokové rychlosti 4,5 ml/cm²/min a tímto byl líh úplně zbaven krotonaldehydu.

Postup podle vynálezu se pro své ekonomické výhody a vysokou účinnost velmi dobře uplatní jak při rafinaci kvasného lihu k účelům pitným i farmaceutickým, tak při rafinaci syntetického ethanolu k fermentačním a dalším technickým účelům.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob úpravy lihu, zejména odstraňování aldehydů, adsorbci, vyznačující se tím, že se líh o obsahu 10 až 70 % obj. ethanolu uvede do styku s polymerními sorbenty se sorpční afinitou k aldehydům, ze skupiny polyesterů, polyamidů, akrylonitril-butadien-styrenových polymerů, esterů celulosy, polyfenylenoxidu nebo jejich směsí, popřípadě ve směsi s anorganickými sorbenty, v množství od 0,5 do 40 % hmot., například ve směsi s aktivním uhlím, perlitem a křemelinou, vztaženo na celkovou hmotnost směsi.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se na líh působí při teplotě do 30 °C.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se líh uvádí do styku s polymerním sorbentem stacionárně v množství od 0,03 do 4 % hmot., vztaženo na hmotnost lihu.
4. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se líh uvádí do styku s polymerním sorbentem dynamicky na koloně při průtokové rychlosti 0,1 až 5 ml/cm² za minutu, při dávkování v množství od 0,01 až 5 % hmot., vztaženo na proteklé jednotkové množství upravovaného lihu.