

Warszawa, 31 marca 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



## RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

# OPIS PATENTOWY

Nr 24503.

Kl. 6 b, 26/10.

Państwowy Monopol Spirytusowy  
(Warszawa, Polska).

**Sposób odwadniania metodą azeotropową spirytusu o dużej zawartości aldehydu octowego.**

Zgłoszono 26 września 1935 r.

Udzielono 28 stycznia 1937 r.

Znane dotychczas sposoby odwadniania spirytusu metodą azeotropową dotyczą odwadniania surówki ziemniaczanej i melasowej, t. j. stosunkowo czystego spirytusu surowego. Odwadnianie surówki drożdżowej oraz spirytusu poślednich gatunków (produktu odpadkowego przy otrzymywaniu rektyfikatu) o dużej zawartości łatwopalnych zanieczyszczeń, głównie aldehydu octowego, jest za pomocą zwykłej aparatury odwadniającej niemożliwe do przeprowadzenia, a to z tego względu, że związki te utrudniają sam proces odwadniania, otrzymany zaś spirytus odwodniony nie odpowiada stawianym mu warunkom pod względem zawartości aldehydu octowego.

Aldehyd octowy wpływa na przebieg procesu odwadniania w sposób dwójaki: wskutek niskiej temperatury wrzenia ( $+ 21^{\circ}\text{C}$ ) powoduje on obniżenie temperatury na górnych półkach kolumny odwadniającej oraz jako dobry homogenizator utrudnia rozwarstwianie się cieczy w rozdzielaczu frakcji lekkich. Przy odwadnianiu spirytusu aldehyd octowy, którego zawartość w poślednich gatunkach spirytusu może wynosić do kilkunastu gramów w litrze, jest usuwany pod postacią frakcji lekkich, które oprócz niego zawierają także al-

alkohol metylowy, łatwo lotne estry, alkohol etylowy, środek azeotropujący, wodę i t. d.

Lekkie frakcje wydobywają się w trakcie procesu odwadniania w sposób następujący. Mieszaninę lekkich frakcji i azeotropu trójskładnikowego złożonego z alkoholu, wody i środka azeotropującego po oddestylowaniu z górnej części kolumny odwadniającej skrapla się w jednym lub dwu skraplaczach; część skroplin uboga w aldehyd octowy wraca z powrotem do kolumny odwadniającej, drugą zaś część miesza się z wodą w specjalnym mieszalniku, w którym ulega ona następnie rozwarstwieniu. Górna warstwa składająca się głównie ze środka azeotropującego wraca z powrotem do kolumny odwadniającej, dolna zaś zawierająca uwodniony alkohol, aldehyd i łatwo lotne składniki ulega rozfrakcjonowaniu w kolumnie lekkich frakcji na frakcję zawierającą prawie cały aldehyd ze spirytusu oraz na wolny od aldehydu spirytus, który zostaje wzmocniony w kolumnie wzmacniającej.

W przypadku odwadniania surówki ziemniaczanej i melasowej poddaje się około 10% całkowitej ilości azeotropu otrzymywanego u góry kolumny odwadniającej rozwarstwieniu i wymywaniu z niego aldehydu wodą. W przypadku surówki drożdżowej i ostatnich gatunków spirytusu ilość azeotropu, z którego należy wymyć aldehyd, wynosi 30 — 50% całkowitej ilości azeotropu, przy czym ilość wody dodawana w celu rozwarstwienia nie wystarcza w tym przypadku do wymycia dużych ilości aldehydu ze środka azeotropującego, gdyż przeprowadzone badania wykazały, że stosunek stężenia aldehydu zawartego w warstwie górnej (środek azeotropujący) do stężenia aldehydu zawartego w warstwie dolnej (alkoholowo-wodnej) jest w stałej temperaturze wielkością stałą. Zatem do wymycia aldehydu i oddzielenia go wraz ze spirytusem od środka odwadniającego, w przypadku odwadniania

spirytusu o dużej zawartości aldehydu, należałoby użyć przy jednorazowym przemycaniu dużych ilości wody, co spowodowałoby przeciążenie kolumny do lekkich frakcji i kolumny wzmacniającej. Aby tego uniknąć, należy zastosować przemycanie kilkakrotne stosując nie jeden, a dwa lub większą liczbę mieszalników oraz tyleż rozdzielaczy ustawionych szeregowo, jak to przykładowo przedstawiono na rysunku, na którym litery  $M_1, M_2, \dots, M_n$  — oznaczają mieszalniki, litery zaś  $R_1, R_2, \dots, R_n$  — rozdzielacze. Wówczas stosunkowo niewielką ilością wody można całkowicie wypłukać aldehyd i alkohol zmieszane ze środkiem azeotropującym.

W przypadku odwadniania spirytusu o dużej zawartości aldehydu octowego i innych zanieczyszczeń łatwo lotnych duże znaczenie ma również skład środka azeotropującego. Dodatek benzyny frakcyjnej wrzącej w granicach 1°C, a mianowicie od 100°C do 101°C, do benzenu w ilości co najmniej 50% wpływa korzystnie na usuwanie aldehydu, gdyż sprzyja grupowaniu się większej jego części w lżejszych frakcjach azeotropu otrzymywanego u góry kolumny odwadniającej, prawdopodobnie wskutek gorszej rozpuszczalności aldehydu w benzynie niż w benzenie; poza tym dzięki swym właściwościom dehomogenizującym benzyna ułatwia rozwarstwianie się mieszaniny i wymywanie aldehydu wodą z mieszaniny azeotropującej.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odwadniania metodą azeotropową spirytusu o dużej zawartości aldehydu octowego, znamienny tym, że w celu zmniejszenia ilości wody przy wymywaniu alkoholu etylowego, aldehydu octowego i innych składników surowego spirytusu z azeotropu trójskładnikowego otrzymywanego u góry kolumny odwadniającej proces przeprowadza się nie w jed-

nym, lecz w dwóch lub w większej liczbie mieszalników i tyluż rozdzielaczach połączonych szeregowo.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako środek azeotropujący stosuje się mieszaninę benzenu z benzyną frakcyjną wrzącą w granicy 1 stopnia, a

mianowicie od 100° do 101°, przy czym zawartość benzyny w tej mieszaninie winna wynosić co najmniej 50%.

Państwowy Monopol  
Spirytusowy.

