



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21) WP C 12 F / 273 677 0

(22) 01.03.85

(45) 13.04.88

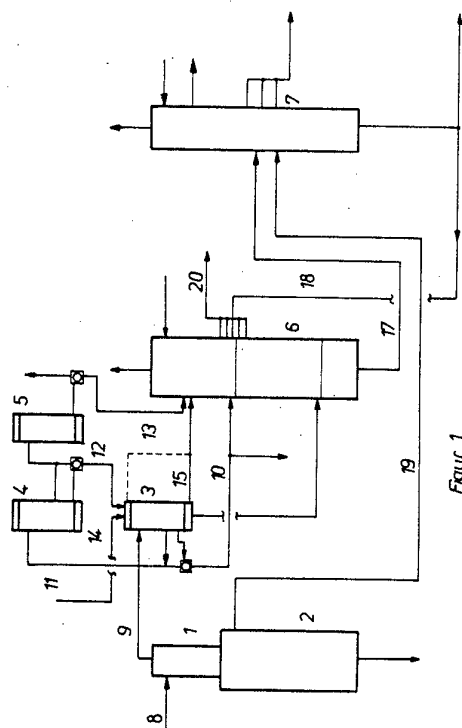
(71) VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig – Grimma, Bahnhofstraße 3–5, Grimma, 7240, DD

(72) Sattler, Dieter, Dipl.-Chem.; Bürger, Wilfried, Dipl.-Ing.; Schubert, Hans, Dipl.-Ing.; Lessig, Claus, Dipl.-Ing.; Hytrek, Gerhard, Dipl.-Ing.; Berlin, Christian, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur destillativen Gewinnung von Feinsprit aus wäßrigen Lösungen

(57) Das Verfahren kann sowohl bei Normaldruck als auch bei Vakuum angewendet werden und dient der Herstellung von Feinsprit als Trinkalkohol oder als Rohstoff für die weiter verarbeitende Industrie. Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Entwicklung eines Verfahrens zur Gewinnung von Feinsprit, das eine Senkung des spezifischen Heizdampfverbrauchs und eine annähernde Gleichdruckfahrweise in unterschiedlichen Druckbereichen ermöglicht, bei gesicherter Abtrennung störender degustativer Verunreinigungen. Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die Brüden einer Entgasungs- oder Maischekolonne einer primären Teilkondensation unterzogen werden und das sekundäre Kondensat, das bei der sekundären Kondensation der Restbrüden anfällt, zumindest teilweise dem primären Kondensator als Kühlmittel zugeführt und zum Teil wieder verdampft wird. Dieser Dampf dient der direkten Beheizung des Oberteils einer Vorlaufkolonne, während das sekundäre Restkondensat an einer tieferen Stelle eingeleitet wird.

Fig. 1



Figur 1

Patentansprüche:

1. Verfahren zur destillierten Gewinnung von Feinsprit aus wässrigen Lösungen, wobei die Brüden einer Entgasungs- oder Maischekolonnen einer primären Teilkondensation unterzogen werden und die anschließende sekundäre Kondensation der Restbrüden ein- oder mehrstufig erfolgt bevor das Kondensat in eine Vorlaufkolonne eingespeist wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß zumindest ein Teil des sekundären Kondensats als Kühlmittel dem primären Kondensator (3) zugeführt, dort teilweise wieder verdampft und dieser Dampf in den Oberteil einer Vorlaufkolonne (6) zu deren Beheizung geführt wird, sowie daß das nicht wieder verdampfte sekundäre Restkondensat an einer tieferen Stelle in die Vorlaufkolonne (6) oder direkt in die Rektifizierkolonne (7) eingeleitet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Kühlmittel des primären Kondensators (3) durch Beimischen von heißem Verschnittwasser zum sekundären Kondensat gebildet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das primäre Kondensat in die Fuselölzone der Vorlaufkolonne aufgegeben wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Entgasungs- bzw. Maischekolonnen und die Vorlaufkolonne in annähernder Gleichdruckfahrweise arbeiten.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Gewinnung von Feinsprit aus wässrigen Lösungen und kann sowohl bei Normaldruck als auch Vakuum angewendet werden. Der Feinsprit findet als Trinkalkohol, als chemischer oder pharmazeutischer Grundstoff oder als Rohstoff zur Erzeugung von besonders sauberem Absolutalkohol Verwendung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bekannt sind Verfahren zur Herstellung von Feinsprit, speziell aus Gärungsmaischen, die unter Verwendung einer Destillationskolonne die Gärungsmaische in ein alkoholfreies Sumpfprodukt, genannt Schlempe, und ein alkoholangereichertes Kopfprodukt trennen. Das in dampfförmiger Phase abgezogene Kopfprodukt wird mit Hilfe von Kühlwasser und meist unter Beigabe von Verschnittwasser einer Vorlaufkolonne zugeleitet, wo leichtsiedende Gärungsprodukte wie Aldehyde sowie ein Teil der Ester und des Methanols über Kopf abgetrieben werden.

Das auf diese Art vorgereinigte Sumpfprodukt der Vorlaufkolonne gelangt nun in eine Rektifizierkolonne, wo es in konzentrierten Alkohol, dem Feinsprit, und alkoholfreies Wasser, dem sogenannten Lutterwasser, aufgetrennt wird. Außerdem wird im Seitenstrom noch Nachlauf abgezogen.

Derartige Verfahren arbeiten stabil und benötigen nur einen geringen Bedienungsaufwand. Jedoch ist ihr spezifischer Heizdampfverbrauch sehr hoch, während die Ausbeute an Feinsprit nicht befriedigt. Außerdem sind zur Kondensation der Brüden erhebliche Mengen an Kühlwasser erforderlich.

Aus diesem Grunde wurden Verfahren entwickelt, die eine Zwischenkondensation der Maischebrüden vermeiden und diese direkt in die Rektifizierkolonne einblasen (H. Mittrücker „Technisch-ökonomisch begründete Energieverbrauchsnormen bei der Herstellung von Primaspritrektifikat“, Die Lebensmittel-Industrie 23 (1976) Heft 9). Damit wurde zwar eine Absenkung des Heizdampfverbrauchs erreicht, jedoch zu Lasten der stabilen Fahrweise und Qualität des Feinsprits, infolge degustativ schädlicher Produkte.

Auch die als Doppelstranganlage bekannte Verfahrensweise, die den Stoffstrom in einen mit und einen ohne degustativ schädliche Reaktionsprodukte aufteilt und getrennt weiterverarbeitet, konnte die Nachteile nicht befriedigend lösen.

Eine weitere Verbesserung sowohl hinsichtlich des Dampfverbrauchs als auch der Ausbeute brachte die Einführung druckgestufter Anlagen, die die Ausnutzung der Kondensationswärme der Brüden einer druckhöheren Kolonne zur Beheizung einer druckniederen Kolonne über einen Umlaufverdampfer ermöglichen. Jedoch wird die Einsatzbreite solcher Verfahren durch ihre Dampf- und Kühlwassertemperaturen stark begrenzt. Aus Kostengründen muß oft niedergespannter Abdampf mit relativ niedrigem Temperaturniveau zur Beheizung der Rektifizierkolonne eingesetzt werden, wodurch auch deren Druck nur begrenzt hoch anzusetzen ist, um noch einen Wärme flu ß garantieren zu können.

Dies wiederum hat zur Folge, daß die Brüden der Rektifizierkolonne nur dann eine Beheizung der Maischekolonnen ermöglichen, wenn der Druck der Maischekolonnen stark abgesenkt wird. Dadurch können aber die aus der Maischekolonnen abgetriebenen Brüden nicht zum indirekten Beheizen der Vorlaufkolonne verwendet werden.

In der AT-PS 295446 ist ein Verfahren zur Herstellung von Feinsprit aus Gärungsmaischen beschrieben, das eine indirekte Seitenstrombeheizung des Rücklaufs der Rektifizierkolonne mit den aus der Maischekolonne austretenden Brüden erlaubt. Weiterhin wird vorgeschlagen, das im Sumpf der Rektifizierkolonne anfallende Lutterwasser zu entspannen und mittels der Brüden der Destillationskolonne durch indirekte Beheizung teilweise zu verdampfen, wobei der anfallende Dampf mittels Dampfstrahlverdichter auf ein höheres Temperatur- und Druckniveau gehoben wird und so zur Beheizung der Rektifizierkolonne eingesetzt werden kann. Eine analoge Mittel verwendende Lösung wird in der DD-PS 200302 beschrieben und gibt eine Möglichkeit an, zusätzlich sowohl Rücklauf als auch Zulauf der Rektifizierkolonne zu verdampfen.

Nachteilig ist bei beiden Lösungen, daß eine Vakuumfahrweise der Maischekolonne nicht möglich ist. Auch bei einer Gleichdruckfahrweise sind die Möglichkeiten der energiesparenden Vorfractionierung vor Eintritt in die Vorlaufkolonne begrenzt. Außerdem wird ein hoher Aufwand an elektrischer Energie zum Umpumpen der Flüssigkeit sowie eine große Menge an Kühlwasser notwendig.

Von besonderer Bedeutung bei der Trinkspritherstellung sind die degustativen Bestandteile, welche sich auch schon in geringsten Spuren geruchs- und geschmacksbildend auswirken und deren ökonomische Entfernung immer wieder Schwierigkeiten bereitet.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Entwicklung eines energiesparenden Verfahrens zur destillativen Gewinnung von Feinsprit aus wässrigen Lösungen, das bei geringem apparativen Aufwand eine hohe Ausbeute an degustativ hochwertigem Feinsprit gewährleistet.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Gewinnung von Feinsprit, insbesondere aus Gärungsmaischen, zu entwickeln, das eine Senkung des spezifischen Heizdampfverbrauchs und eine annähernde Gleichdruckfahrweise in unterschiedlichen Druckbereichen ermöglicht, bei gesicherter Abtrennung störender degustativer Verunreinigung des Produkts.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die Brüden einer Entgasungs- oder Maischekolonne einer primären Teilkondensation unterzogen werden und anschließend eine sekundäre Kondensation der Restbrüden ein- oder mehrstufig erfolgt, bevor das primäre und sekundäre Kondensat getrennt an unterschiedlichen Stellen in eine Vorlaufkolonne eingespeist wird. Hierbei wird zumindest ein Teil des sekundären Kondensats der primären Kondensationsstufe als Kühlmittel zugeführt, dort teilweise wieder verdampft, wodurch eine energiesparende zweifache Vorfractionierung in einem Dephlegmator zwischen der Maische- und Vorlaufkolonne erreicht wird, die eine effektive Abscheidung der Vor- und auch bereits eines Teils der Nachlaufprodukte erlaubt. Dieser Dampf wird dann in den Oberteil der Vorlaufkolonne zu deren Beheizung geführt. Das nicht wieder verdampfte sekundäre Restkondensat wird an einer tieferen Stelle in die Vorlauf- oder direkt in die Rektifizierkolonne eingeleitet.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nun anhand eines Ausführungsbeispiels und der Figuren 1 und 2 näher erläutert.

Figur 1: Technologisches Schema einer Normaldruckanlage, die eine annähernde Gleichdruckfahrweise ermöglicht

Figur 2: Technologisches Schema einer druckgestuften Anlage

Zunächst soll die in Figur 1 dargestellte Variante eine Normaldruckanlage beschrieben werden. Über den Maischezulauf 8 gelangt Gärungsmaische mit ca. 6 Ma.-% Alkohol und einer Temperatur von 70°C bis 80°C in die Entgasungskolonne 1, wo diese auf Siedetemperatur erhitzt wird. Über Kopf wird durch die Dämpfeleitung 9 eine derartig große Menge an alcohohaltigen Dämpfen abgetrieben, daß darin alle Vorlaufprodukte, sonstige organoleptisch schädlich wirkenden Spuren und ein Teil der Nachlaufprodukte enthalten sind. Somit stellt der in der Maischekolonne 2 abgetriebene und über die Dämpfeleitung 19 in die Rektifizierkolonne geleitete Alkohol ein gut vorgereinigtes und von diesen Stoffen freies Produkt dar.

Erfindungsgemäß werden die Brüden der Entgasungskolonne 1 einer primären Teilkondensation im Dephlegmator 3 unterzogen, wo insbesondere die schwersiedenden und organoleptisch schädlich wirkenden Stoffe niedergeschlagen werden und mit einem Alkoholanteil von ca. 12 Ma.-% durch die Kondensatleitung 10 in den Hydroselektionsteil 6b der Vorlaufkolonne 6 oder eine andere Kolonne zur separaten Aufarbeitung gelangen.

Die Restbrüden mit einer Alkoholkonzentration von ca. 60 Ma.-% steigen über die Restdampfleitung 11 zur sekundären Kondensation in den Dephlegmator 4, wo sie nahezu vollständig kondensieren. Nur eine kleine Restmenge stark aldehyd- und esterreicher Brüden werden in einem Schlußkondensator 5 niedergeschlagen und sofort in den Konzentrationsteil 6c der Vorlaufkolonne 6 geleitet.

Das Kondensat aus dem Dephlegmator 4, hier sekundäres Kondensat genannt, wird zumindest teilweise als Kühlmittel dem Rohrraum des Dephlegmators 3 über Kondensatleitung 12, angestaut durch einen Spezialverteiler, zugeführt. Dort findet eine teilweise Wiederverdampfung statt. Wird keinerlei Verschnittwasser zur Herbeiführung eines Hydroselektionseffektes über Verschnittwasserleitung 14 eingespeist, so enthält der Dampf ca. 75 Ma.-% Alkohol und gelangt über Dämpfeleitung 15 in den Konzentrationsteil 6c der Vorlaufkolonne 6 und beheizt diese zusätzlich, so daß dadurch eine erhebliche Wärmemenge eingespart werden kann. Es verbleibt eine flüssige Restmenge mit einer Alkoholkonzentration von ca. 25 Ma.-%, die über Kondensatleitung 16 in die Vorlaufkolonne eingespeist werden kann.

Wird über Verschnittwasserleitung 14 heißes Verschnittwasser zudosiert, so erhöht sich die Siedetemperatur des rohrseitig durch den Dephlegmator 3 strömenden Gemisches. Damit sinkt die Temperaturdifferenz zum mantelseitig in den Dephlegmator 3 durch die Dämpfeleitung 9 strömenden Dampf und die übertragbare Wärmemenge verringert sich. Entsprechend nimmt die

Menge an primären Kondensat, das durch die Kondensatleitung 10 und die Menge an Dampf, der durch die Dämpfeleitung 15 strömt ab, so daß sich die durch Kondensatleitung 16 strömende Flüssigkeitsmenge erhöht. In diesem Fall vermindert sich zwar die eingesparte Dampfmenge, jedoch gelangt durch den Hydroselektionseffekt durch die Dämpfeleitung 15 Alkohol mit einer größeren Menge an Verunreinigungen in den Konzentrationsteil 6c der Vorlaufkolonne, wodurch der Vorkonzentrierungseffekt des Dephlegmators 3 stärker zum Tragen kommt.

Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt also eine gute steuerbare und energiesparende zweifache Vorfraktionierung in nur einem Dephlegmator zwischen der Maische- und Vorlaufkolonne. Es führt zu einer effektiveren Abscheidung der Vorlauf- und auch eines Teils der Nachlaufprodukte. Durch die Verschnittwasserleitung 18 wird Wasser mit ca. 94°C in die Vorlaufkolonne geführt, wodurch auf den obersten Böden des Hydroselektionsteils 6b die Konzentration an Alkohol soweit absinkt, daß sich hier Fuselöl in größerer Menge ansammelt und über Seitenstromleitung 20 abgeführt werden kann. Mit diesem Seitenstrom werden außerdem organoleptisch schädliche Bestandteile wie unter anderem Mercaptane und Amine in beträchtlicher Menge abgeführt, die hauptsächlich über Kondensatleitung 10 in die Vorlaufkolonne gelangten. Über Leitung 17 kommt der verdünnte Alkohol von 20 Ma.-% Ethanol zur Rektifizierkolonne 7, wo er zusammen mit dem dampfförmigen zweiten Teilstrom aus der Maischekolonne 2 zu Primasprit aufgearbeitet wird.

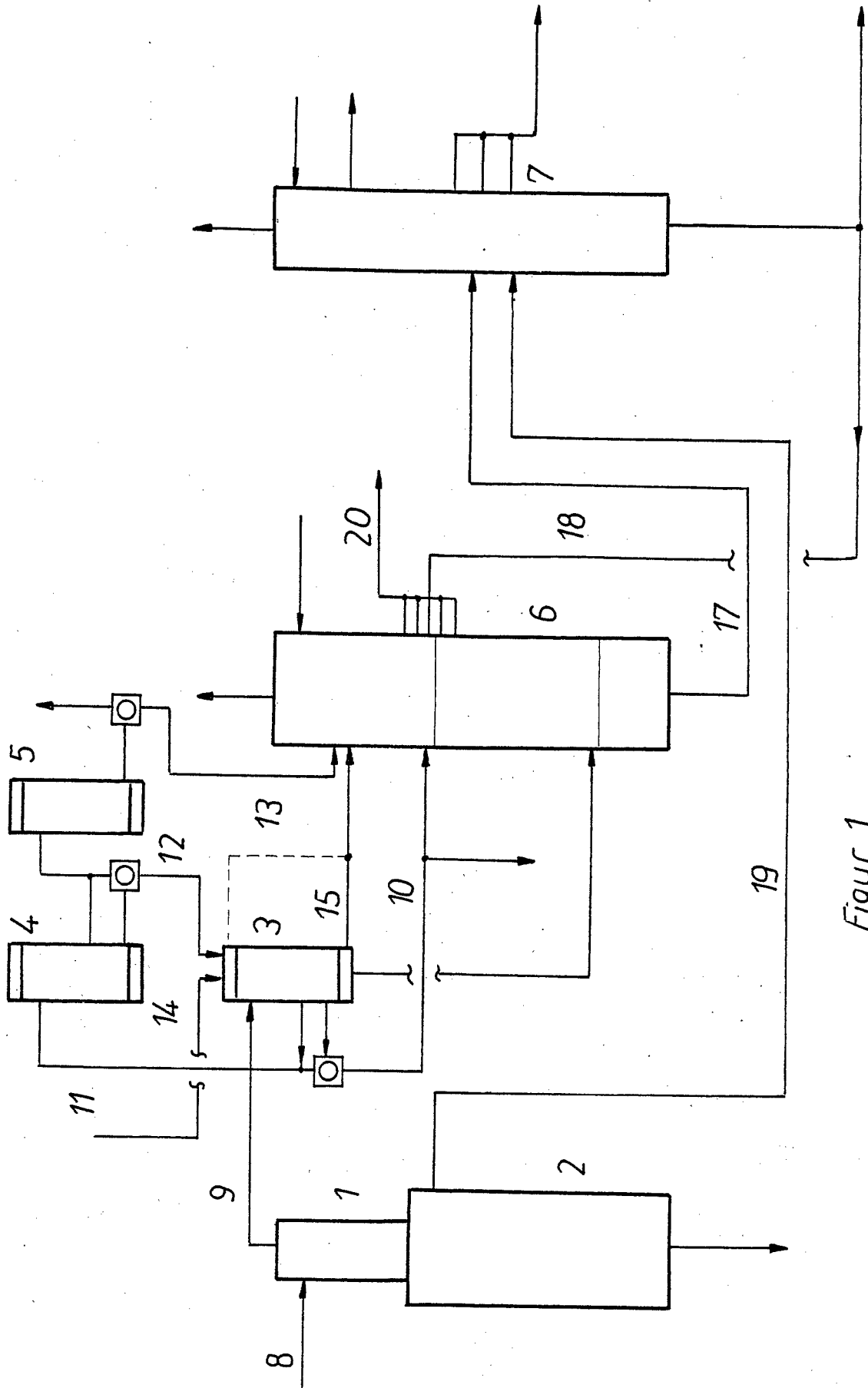
Mit diesem Verfahren ist auch eine Primaspriterzeugung aus Melassemaischen mit einer Ausbeute von mehr als 96% und einem spezifischen Dampfverbrauch von ca. 3,2 kg/l Weingeist möglich.

Bei der in Figur 2 dargestellten druckgestuften Anlage werden die Brüden der Rektifizierkolonne 7 zum Beheizen der Maischekolonne 2 benutzt. Aus der Entgasungskolonne werden nur ca. 1 bis 2% der Gesamtalkoholmenge abgetrieben, die in einem nachgeschalteten Kondensator niedergeschlagen und in einer Nachlaufkolonne zugeführt werden. Der verbleibende Hauptteil des Alkohols gelangt über die Dämpfeleitung 22 aus der Maischekolonne 2 in den Dephlegmator 3, wo dieser Produktstrom analog dem der Dämpfeleitung 9 in Figur 1 aufgearbeitet wird.

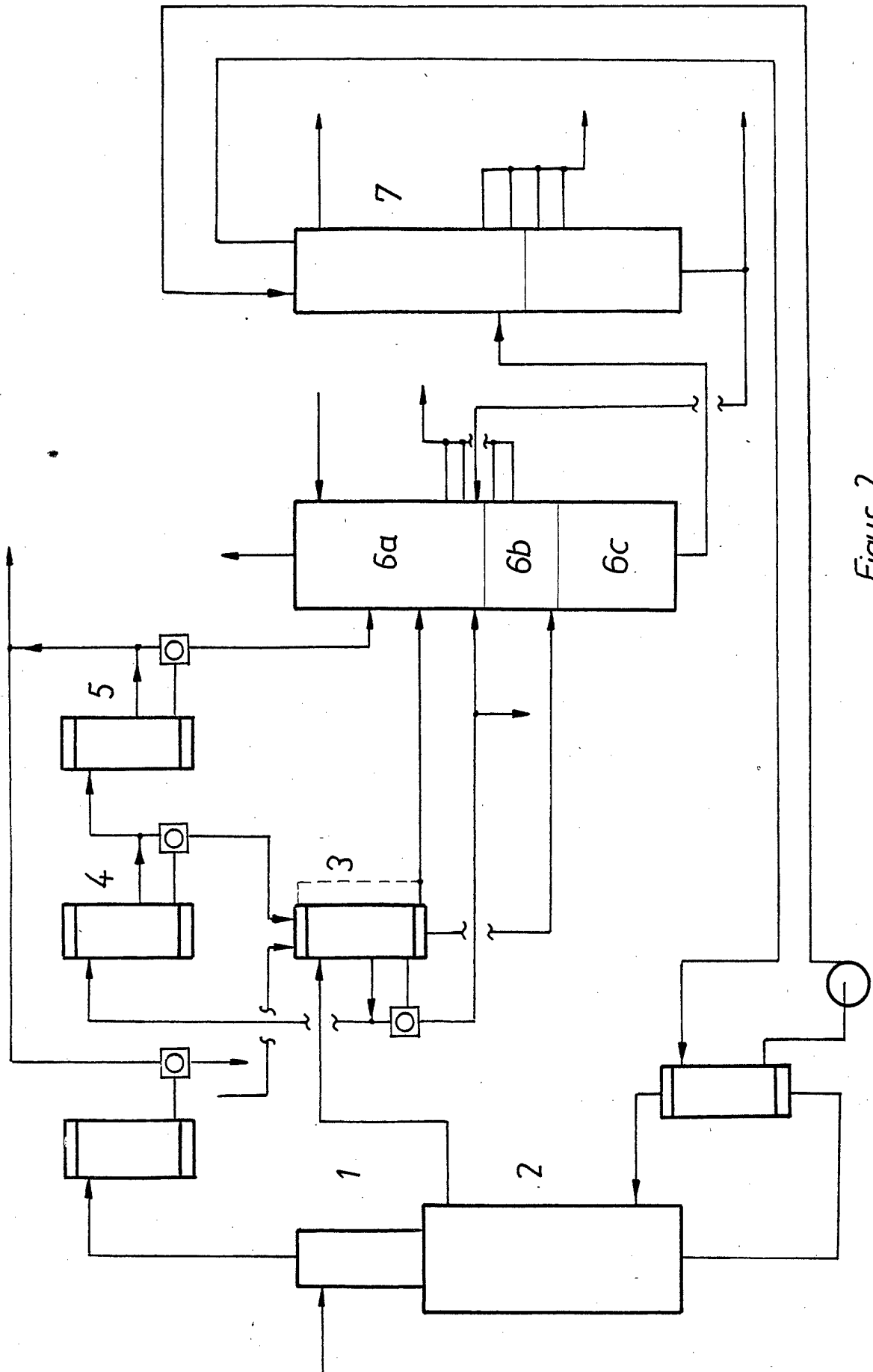
Das erfindungsgemäße Verfahren stellt in dieser Schaltung einer druckgestuften Anlage insbesondere für Melassemaischen eine günstige Variante dar, da hiermit eine Primaspritausbeute von ca. 95% bei einem spezifischen Dampfverbrauch von nur 2,5 kg/l Weingeist erreicht wird.

Vorteile der Erfindung

- hohe Ausbeute bei gesichert guter Qualität
 - geringer Heizdampfverbrauch
 - geringer apparativer Aufwand
-



Figur 1



Figur 2