



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196075

(II) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 07 C 31/08

/22/ Přihlášeno 13 12 77
/21/ /PV 8362-77/

(40) Zveřejněno 29 06 79

(45) Vydáno 15 05 82

(75)

Autor vynálezu

HUML MIROSLAV ing., MOST, KUBIČKA RUDOLF doc. ing. CSc., LITVÍNOV,
NOVOTNÝ BOHUMIL ing., ROSÁK JOSEF ing., PRAHA a VEPŘEK JAROSLAV ing.,
LITVÍNOV

(54) Způsob izolace vedlejších produktů z výroby syntetického etanolu

1

Vynález se týká způsobu izolace vedlejších produktů vznikajících při výrobě syntetického etanolu přímou hydratací etylénu, především dietyléteru a technického etanolu, který je v malé míře odebírán ze zařízení sloužícího k čištění syntetického etanolu, jako další vedlejší produkt, ve kterém se zakonzcentrují nečistoty vznikající při syntéze.

Syntetický etanol se vyrábí v reaktorech přímé hydratace a v následujícím teplovýměnném systému se zkondenzuje lihovodný kondenzát, obsahující vedle značného množství vody a zhruba 10 až 15 % hmot. etanolu, řadu nečistot, především pak dietyléter, acetaldehyd, krotionaldehyd, vyšší alkoholy, estery aj. Nejvýznamnější z těchto nečistot je dietyléter, vznikající v množství až 2 % hmot., vztaženo na vyrobený etanol. Množství vyrobeného dietyléteru je tak významné, že se vyplatí separovat jej z reakčních produktů v komerčně využitelné kvalitě.

Lihovodný kondenzát se obvykle čistí postupem, zahrnujícím tyto základní operace: oddělení nečistot v koloně extraktivní destilace za použití vody jako extraktivního činidla,

zakonzentrování etanolu v rektifikační koloně, ve které je od výrobku oddělena voda a

případné dočištění finální rektifikací nebo chemickým zpracováním.

V koloně extraktivní destilace odchází jako destilát koncentrát nečistot, který vzhledem ke svému chemickému složení je neprodejný a nelze jej využít ani k výrobě dietyléteru běžnými dosud zavedenými postupy.

2

Destilát kolony extraktivní destilace se nejprve v rektifikační koloně rozdělí na dvě samostatně zpracovávané frakce:

surový éter a

surovinu zbavenou éteru pro výrobu technického etanolu.

Surový éter obsahuje jako hlavní nečistoty acetaldehyd, etanol a vodu. Jeho rafinace od acetaldehydu a od etanolu se provádí známým způsobem extraktivní destilací za použití vody jako extraktivního činidla. Využívá se přitom skutečnosti, že kyslíkaté organické látky o různé polaritě mění za přítomnosti vody různým způsobem svou těkavost. V systému acetaldehyd-dietyléter-etanol za přítomnosti významného množství vody, například při poměru nástřiků surového éteru a vody do kolony extraktivní destilace rovném 1:3, poklesne těkavost acetaldehydu a etanolu natolik, že je možno při použití malých poměrů zpětného toku a malého počtu destilačních pater z hlavy kolony extraktivní destilace éteru odebírat předčištěný dietyléter, obsahující acetaldehyd a etanol v koncentracích pod 0,1 % hmot.

Další dočištění dietyléteru se provádí vypírkou zbytkového obsahu aldehydů chemicky aktivním činidlem. Touto vypírkou se obsah aldehydů v éteru snižuje pod hodnotu 30 mg/litr. Chemicky srafinovaný éter je potom nutno vyprat vodou, aby se odstranily zbytky iontů použitého chemického činidla, které byly do éteru strženy. Závěrečnou operací je pak vysušení dietyléteru jeho perkolací přes vrstvu pevného NaOH, CaCl₂, Al₂O₃, nebo přes molekulová síta, případně vysušení tlakovou destilací.

Nevýhodou dosud používaného způsobu jsou velké ztráty na éteru v odpadních vodách, vysoká spotřeba pracích roztoků a vznik velkého množství obtížně likvidovatelných odpadních vod.

Uvedené nevýhody jsou odstraněny způsobem izolace vedlejších produktů výroby syntetického etanolu podle vynálezu. Podstatou vynálezu je, že jako extraktivní činidlo jsou do extrakční zóny rafinace dietyléteru přiváděny prací vody z následujícího stupně chemické dodatečné rafinace dietyléteru anebo odpadní sodný louh ze sušení dietyléteru na pevném hydroxidu sodném za případného přídavku čerstvé vody a do destilační zóny je přidáván alkalický hydroxid, přičemž se ze zbytku po extraktivní destilaci dietyléteru s vodou získává acetaldehyd rektifikací. Vynález je možno provádět tak, že dietyléter se chemicky dodatečně rafinuje postupným praním roztokem kyselého siřičitanu sodného, nebo amonného s vodou. Vynález lze provádět i tak, že zbytky siřičitanu, strženého z prací zóny dodatečné rafinace se zachycují na pevném alkalickém hydroxidu při současném sušení dietyléteru. Způsob podle vynálezu lze rovněž provádět i tak, že za sušicí zónu dietyléteru je zařazena odpařovací zóna, přičemž páry z odparky jsou po kondenzaci odváděny jako produkt a zbytek v množství 1 až 30 % hmot., vztaženo na nástřík, je vrácen zpět do sušicí zóny.

Pro částečné krytí spotřeby alkalického hydroxidu při rafinaci technického etanolu se používá podle vynálezu alkalického louhu, odpadajícího ze sušení dietyléteru pevným alkalickým hydroxidem. Vynález je možno provádět i tak, že se převážná část odpadní vody po oddělení acetaldehydu vrací zpět na extraktivní destilaci surového dietyléteru. Podle vynálezu lze při rafinaci technického etanolu použít hydroxidu sodného.

Způsob podle vynálezu má proti stávajícím způsobům tyto výhody:

- sníží se ztráty dietyléteru v odcházejících odpadních vodách,
- sníží se spotřeba pracích roztoků, jak chemicky aktivních, tak prací vody,
- sníží se množství vznikajících odpadních vod a

při stejné spotřebě pomocných chemikálií se dosáhne vyšší kvality rafinovaného dietyléteru.

Na připojeném výkresu je znázorněno technologické schéma způsobu podle vynálezu. Do

extrakční destilační kolony 1 se potrubím 11 přivádí voda a potrubím 12 lihovodný kondenzát /LVK/ z hydratace. Potrubím 14 se odvádí odéterovaný lihovodný kondenzát pro výrobu čistého etanolu. Potrubím 13 se odvádí směs, obsahující převážně éter, vodu, etanol, acetaldehyd do rektifikační kolony 2 éterové frakce, z níž patou se odvádí potrubím 22 surový technický etanol do rektifikační kolony 9, do níž se přivádí potrubím 91 a 62 louh a potrubím 92 se odvádí technický etanol. Potrubím 93 slouží pro odvod odpadní vody.

Z hlavy kolony 2 se potrubím 21 odvádí éterová frakce do kolony 3 pro extrakční destilaci. Do kolony 3 se potrubím 33 přivádí voda a potrubím 63 louh. Z paty kolony 3 se potrubím 33 odvádí surový acetaldehyd do rektifikační kolony 8. Rektifikovaný acetaldehyd se odvádí z hlavy kolony 8 potrubím 81 a z paty kolony 8 se odvádí odpadní voda jednak potrubím 82 do potrubí 63, jednak potrubím 82 do odpadu. Z hlavy kolony 3 se potrubím 31 odvádí éterová frakce do pračky 4, v níž se perá roztokem kyselého alkalického siřičitanu, přiváděného do pračky 4 potrubím 41. Potrubím 42 je éter přiváděn do pračky 5 s přívodem vody 51 a odtud potrubím 52 do sušičky 6. Vysušený éter je přiváděn potrubím 64 do rektifikační kolony 7. Pevný alkalický hydroxid je do sušičky 6 přiváděn přívodem 61. Odpadní louh ze sušičky 6 je jednak potrubím 63 přiváděn do extrakčně destilační kolony 3 a jednak potrubím 62 do rektifikační kolony 9 technického etanolu. Z hlavy kolony 7 je potrubím 71 odváděn dietyléter a rektifikační zbytky jsou z paty kolony 7 uváděny potrubím 72 do sušičky 6.

Vynález je blíže osvětlen na připojeném příkladu:

P ř í k l a d

Na laboratorním zařízení byl ověřen technologický postup zhodnocení vedlejších produktů výroby syntetického etanolu podle vynálezu, jak je schematicky zobrazen na přiloženém výkresu. Byly získány tyto kvality meziproduktů a výrobků /viz tabulka 1/. Finální dietyléter vyhovoval svou kvalitou ČSN 660 246 - Ether ethylnatý technický a technický etanol byl čirý a nevznikaly v něm ani při dlouhodobém stání žádné zákaly a nedocházelo ke změně zbarvení.

Tabulka

Kvality meziproduktů a výrobků

% hmot.	destilát z kolony extrakt. dest. LVK	surový dietyl- éter	předčišť. dietyl- éter	chemicky rafin. dietyl- éter	finální dietyl- éter	surový techn. etanol	finální techn. etanol
označení proudu podle obr. 1	13	21	31	42	71	22	92
etanol	70 až 80	max. 1,0	max. 0,1	max. 0,1	max. 0,1	84 až 87	93
dietyléter	7 až 15	88 až 92	98,5	98,6	99,5	max. 0,1	max. 0,1
acetaldehyd	0,6 až 0,9	6 až 8	0,1	max. 30 mg/l	max. 30 mg/l	max. 0,05	max. 0,05
krotonaldehyd	0,25 až 0,3	0,1 až 0,15	-	-	-	0,30	-
vyšší alkoholy	1,1 až 1,5	-	-	-	-	1,2 až 1,7	max. 2,0
voda	11 až 13	max. 2,0	max. 1,3	max. 1,3	max. 0,5	12 až 15	5 až 6

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob izolace vedlejších produktů z výroby syntetického etanolu, tj. dietyléteru, technického etanolu a acetaldehydu ve vysoké kvalitě z destilátu kolony extraktivní destilace líhovodného kondenzátu získávaného při výrobě syntetického etanolu, kde se tento destilát nejprve rozdělí v rektifikační koloně na separátně zpracované frakce surového dietyléteru a suroviny pro výrobu technického etanolu, přičemž surový dietyléter je podrobován rafinaci v další koloně extraktivní destilace za přídavku vody jako extraktivního činidla, vyznačený tím, že jako extraktivní činidlo jsou do extrakční zóny rafinace dietyléteru přiváděny prací vody z následujícího stupně chemické dodatečné rafinace dietyléteru anebo odpadní alkalický louh ze sušení dietyléteru na pevném alkalickém hydroxidu za případného přídavku čerstvé vody a do destilační zóny pro oddělení technického etanolu od přebytečné vody je přidáván alkalický hydroxid, přičemž ze zbytku po extraktivní destilaci dietyléteru s vodou se získává acetaldehyd rektifikací.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se chemická dodatečná rafinace dietyléte-

ru provádí postupným praním roztokem kyselého siřičitanu sodného anebo amonného s vodou.

3. Způsob podle bodů 1 až 2, vyznačený tím, že zbytky siřičitanu, strženého z prací zóny chemické dodatečné rafinace, se zachycují na pevném alkalickém hydroxidu při současném sušení dietyléteru.

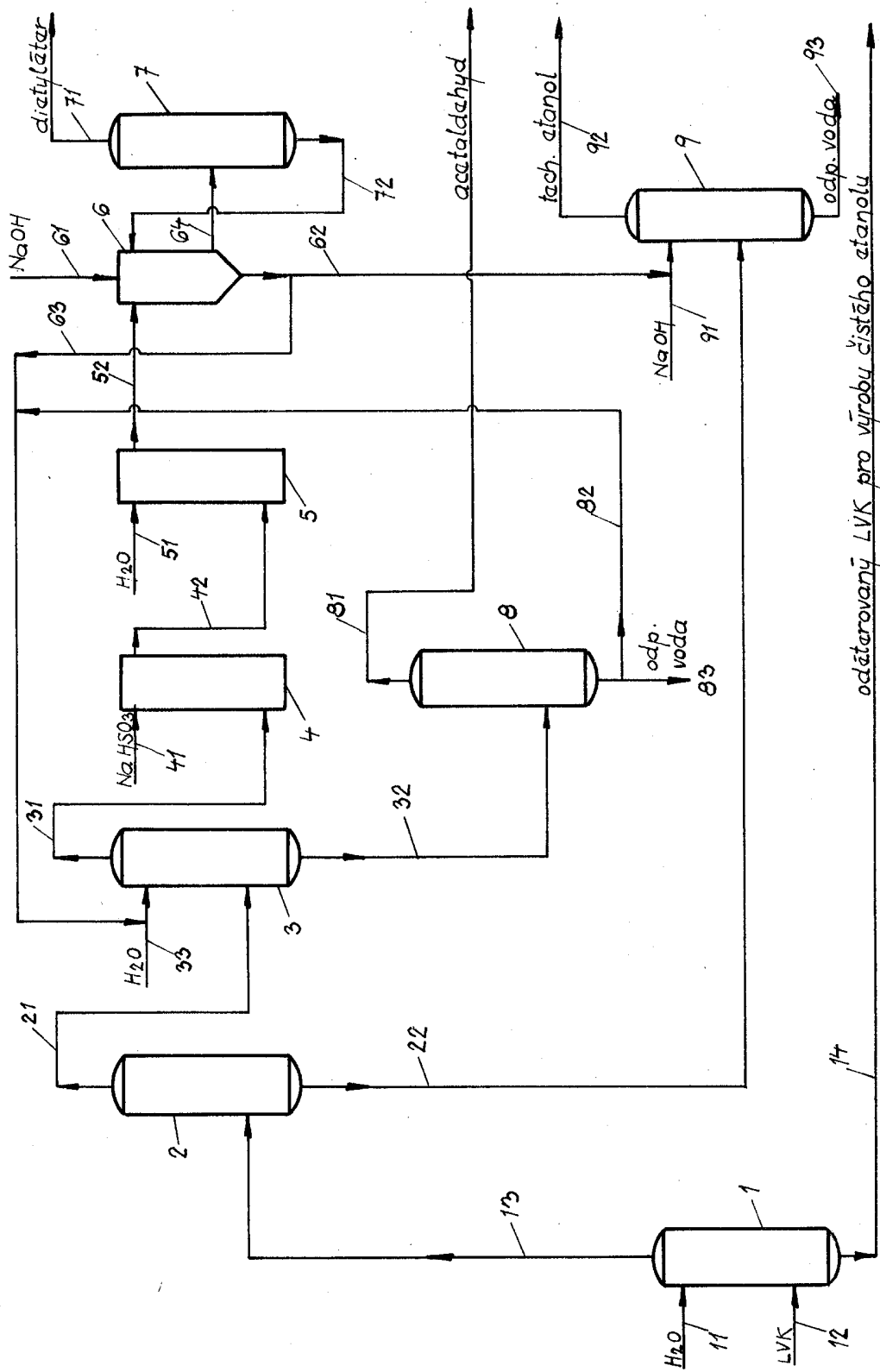
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že je za sušicí zónu dietyléteru zařazena odpařovací zóna, přičemž páry z odparky jsou po kondenzaci odváděny jako produkt a zbytek v množství 1 až 30 % hmot., vztaženo na nástřik, je vrácen zpět do sušicí zóny.

5. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že pro částečné krytí spotřeby alkalického hydroxidu při rafinaci technického etanolu se používá alkalického louhu odpadajícího ze sušení dietyléteru pevným alkalickým hydroxidem.

6. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že převážná část odpadní vody po oddělení acetaldehydu se vrací zpět na extraktivní destilaci surového dietyléteru.

7. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že při rafinaci technického etanolu se používá hydroxidu sodného.

1 list výkresů



OBR. 1