



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 95774

(13) C2

(51) МПК (2011.01)

B01D 53/26 (2006.01)

B01D 5/00

C07C 29/76 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ЗНЕВОДНЕННЯ СПИРТУ І ПРИСТРІЙ ДЛЯ ЙОГО ЗДІЙСНЕННЯ

1

2

(21) а200711493

(22) 16.10.2007

(24) 12.09.2011

(31) 06/09090

(32) 17.10.2006

(33) FR

(46) 12.09.2011, Бюл.№ 17, 2011 р.

(72) ДОРО ЖЕНЕВ'ЄВА, FR, ТУРОН ЖЕРОМ, FR

(73) МАГІН САС, FR

(56) UA 78904 C2; 24.04.2007

RU 2265473 C1; 10.12.2005

US 4407662; 04.10.1983

FR 2855170 A1; 26.11.2004

WO 2004088230 A2; 14.10.2004

US 4351732; 28.09.1982

(57) 1. Спосіб зневоднення суміші вода/спирт, який включає в себе наступні стадії:

(i) випаровування і перегрівання суміші вода/спирт до температури, достатньої для підтримки пароподібного стану вказаної суміші упродовж стадії (ii);

(ii) адсорбцію шляхом пропускання суміші вода/спирт, яка знаходиться в пароподібному стані, отриманої на стадії (i), через молекулярне сито для того, щоб викликати адсорбцію води на вказаному молекулярному ситі, що дозволяє отримати пари зневодненого спирту;

(iii) конденсацію парів зневодненого спирту, отриманих на стадії (ii), що дозволяє рекуперувати енергію,

у якому випаровування і/або перегрівання суміші вода/спирт на стадії (i) здійснюють щонайменше частково за рахунок енергії, рекуперованої на стадії (iii), і у якому конденсації на стадії (iii) передую механічне стиснення парів зневодненого спирту, і/або конденсацію на стадії (iii) поєднують із випаровуванням рідкого теплоносія і рідкий теплоносіє після випаровування піддають стисненню.

2. Спосіб за п. 1, у якому спиртом є етанол.

3. Спосіб за будь-яким із пп. 1, 2, у якому суміш вода/спирт містить щонайменше 80 об'ємних % спирту, переважно щонайменше 90 об'ємних % спирту, переважно щонайменше 92 об'ємних % спирту.

4. Спосіб за будь-яким із пп. 1-3, що містить одночасно і/або навперемінно зі стадіями (i)-(iii) наступну додаткову стадію:

(iv) регенерацію шляхом пропускання частини зневодненого спирту під тиском, який нижчий від атмосферного, через молекулярне сито, насичене водою, для десорбції адсорбованої води, причому на цій стадії отримують вихідний потік.

5. Спосіб за п. 4, на стадії (iv) якого проводять перегрівання частини зневодненого спирту, яка повинна бути пропущена через молекулярне сито, насичене водою, для десорбції адсорбованої води.

6. Спосіб за п. 4 або 5, у якому вихідний потік, отриманий на стадії (iv), об'єднують із сумішшю вода/спирт, яка підлягає обробці.

7. Спосіб за будь-яким із пп. 1-6, у якому два, три або більше молекулярних сит працюють у навперемінному режимі.

8. Спосіб за будь-яким із пп. 1-7, що вимагає споживання водяної пари менше приблизно 50 кг на 100 літрів отриманого зневодненого спирту.

9. Установка для зневоднення суміші вода/спирт, яка включає:

трубопровід (2) для подачі суміші вода/спирт, що підлягає обробці,

випарну установку (3), що забезпечує випаровування суміші, яка циркулює у вказаному трубопроводі,

перегрівник (4) для перегрівання пари, що виходить із випарної установки (3),

одну або декілька ємностей (5a, 5b, 5c), які сполучені з перегрівником (4) і містять молекулярне сито,

пристрій для конденсації (10, 20) зневодненого спирту, який встановлений за ємностями (5a, 5b, 5c) і який забезпечує часткову подачу енергії у випарну установку (3),

один або декілька трубопроводів (16) для збирання зневодненого спирту, які знаходяться на виході з пристрою для конденсації (10, 20), причому установка включає додатково механічний компресор (18) між ємностями (5a, 5b, 5c) і пристроєм для конденсації (20), і/або контур рідкого теплоносія, причому вказаний контур передбачений для забезпечення теплообміну між рідким теплоносієм і,

(13) C2

(11) 95774

(19) UA

з одного боку, зневодненням спиртом на рівні пристрою для конденсації (10), з іншого боку, водою або сумішшю вода/спирт на рівні випарної установки (3) за допомогою прямого вприскування або за допомогою теплообмінника (11), причому контур рідкого теплоносія містить систему термoeжекції (13), в яку подається пара високого тиску (14), передбачену для повторного стиснення теплоносія в пароподібному стані.

10. Установа за п. 9, у якій випарна установка (3) включає в себе дистиляційну колону.

11. Установа за п. 9 або 10, у якій пристрій для конденсації (20) передбачений на рівні випарної установки (3) для прямого випаровування суміші вода/спирт.

12. Установа за будь-яким із пп. 9-11, яка включає додатково теплообмінник (21), що забезпечує часткову подачу енергії у випарну установку (3).

13. Установа за будь-яким із пп. 9-12, яка включає додатково:

трубопроводи для десорбції, по яких частина зневодненого спирту переміщується до ємностей, трубопроводи (7a, 7b, 7c, 7) для відведення вихідного потоку, що виходить із ємностей (5a, 5b, 5c) після регенерації.

14. Установа за п. 13, яка включає додатково рециркуляційний трубопровід (24), призначений для рециркуляції вихідного потоку у випарну установку (3).

15. Установа за п. 13, яка включає додатково рециркуляційний трубопровід (24), призначений для рециркуляції вихідного потоку в дистиляційний пристрій (26), подаючи пару в теплообмінник (28), призначений для подачі енергії у випарну установку (3).

16. Установа за будь-яким із пп. 13-15, яка містить додатково нагрівальний елемент, що працює разом з десорбційними трубопроводами.

Об'єктом даного винаходу є спосіб зневоднення спирту шляхом адсорбції на молекулярному ситі, який дає економію енергії порівняно з існуючими способами і пристроями. Об'єктом винаходу є також здійснення нового способу за винаходом.

Способи зневоднення спирту існують. У деяких з указаних способів зневоднення спирту використовують азеотропну дистиляцію за допомогою циклогексану як третьої речовини. Однак цей метод вимагає великих енергозатрат і в ньому використовують циклогексан, що є токсичною речовиною.

Був також запропонований спосіб зневоднення випаровуванням через напівнепроникні мембрани. Проте у зв'язку з тим, що використовувані мембрани є крихкими, у способі цього типу виникають істотні проблеми. До того ж виникають труднощі з регулюванням робочих умов.

Був також запропонований спосіб зневоднення етанолу на молекулярному ситі, який порівняно зі способом азеотропної дистиляції дозволяє економити енергію і не використовувати циклогексан. У способі цього типу необхідно регенерувати молекулярне сито, на якому відбувається адсорбція води. Цю регенерацію здійснюють з використанням двох технологій, які називаються TSA і PSA, Temperature Swing Adsorption і Pressure Swing Adsorption відповідно.

У способі TSA при заданому тиску кількість адсорбованого газу зменшується при підвищенні температури. Для здійснення термічної регенерації молекулярного сита гарячий газовий потік, повітря або інертний газ, направляють у ємність, що містить це сито. Внаслідок цього адсорбований продукт переміщується до входу колони.

У способі PSA десорбції можна досягти при сильному зниженні тиску. Цей другий спосіб використовують переважно в галузі очищення промислових газів.

Спосіб TSA неможливо просто пристосувати до зневоднення спиртів, оскільки він вимагає використання газів, таких як азот, аргон, діоксид вуглецю та інші, які потім викидають в атмосферу. Це передбачає, отже, наявність ємностей для зберігання, які дорого коштують і пов'язані з певними проблемами, зокрема, безпеки.

Удосконалення вказаних способів було запропоноване в патенті US 4407662. У ньому описується спосіб зневоднення суміші вода/етанол шляхом адсорбції/регенерації на молекулярних ситах, у якому здійснюють стадії i) нагрівання суміші вода/етанол для переходу в парову фазу при температурі від 90 до 120 °C і тиску від 2 до 10 psig; (ii) переходу суміші вода/етанол у парову фазу на молекулярному ситі, що викликає адсорбцію води на вказаному молекулярному ситі; (iii) переходу частини зневодненого етанолу при тиску, нижчому від атмосферного, на молекулярне сито, насичене водою для десорбції адсорбованої води; (iv) зворотний порядок проведення стадій (ii) і (iii) для обох молекулярних сит.

Проте цей спосіб не повністю задовільний із декількох причин. Передусім на стадії десорбції води з молекулярного сита при насиченні використовують значну частину зневодненого етанолу, приблизно 20 %, що призводить зрештою до суміші вода/етанол, яку треба знову очищувати. Крім того важко контролювати цю стадію десорбції, тоді як сито повинно мати однакові характеристики перед початком кожного циклу адсорбції. Для того, щоб контролювати температуру сита під час фази регенерації, а також для того, щоб уникнути можливої конденсації води протягом фази адсорбції, було запропоновано забезпечити ємність, яка містить молекулярне сито, подвійною стінкою для того, щоб більш ефективно контролювати в ній температуру. Однак це рішення не є задовільним, зокрема через дуже великі витрати.

У документі FR 2719039 пропонується вдосконалення порівняно з указаним вище способом, який полягає в тому, що перед стадією регенерації (iii) проводять додаткову стадію перегрівання частини зневодненого етанолу, який повинен бути поданий на молекулярне сито для десорбції адсорбованої води. Це вдосконалення дозволяє поліпшити контроль десорбції і зменшити кількість зневодненого етанолу, необхідну для проведення стадії десорбції (приблизно від 20 до 15 %).

Крім того в документі CA 2503067 описується система виробництва зневодненого спирту з рослин, у якій передбачається з'єднання між енергозатратним пристроєм для зневоднення спирту як такого та іншими енергонасиченими пристроями системи.

Проте рівень споживання енергії в усіх способах із попереднього рівня техніки, описаних вище, досі є проблемою, зокрема, якщо вважати, що зневоднений спирт призначений головним чином для отримання спиртового палива, яке конкурує зі способами нафтоперегонки. Тому бажано оптимізувати споживання первинної енергії у промислових способах виробництва зневодненого спирту і, зокрема, оптимізувати споживання енергії саме на рівні пристрою для зневоднення спирту.

Короткий опис винаходу.

Об'єктом винаходу, таким чином, є спосіб зневоднення суміші вода/спирт, що включає в себе наступні стадії:

(i) випаровування і перегрівання суміші вода/спирт до температури, достатньої для підтримання пароподібного стану вказаної суміші протягом стадії (ii);

(ii) адсорбцію шляхом подачі суміші вода/спирт, що перебуває у пароподібному стані, отриманої на стадії (i), на молекулярне сито для того, щоб викликати адсорбцію води на вказаному молекулярному ситі, що дозволяє отримати пари зневодненого спирту;

(iii) конденсацію пари зневодненого спирту, отриману на стадії (ii), що дозволяє рекуперувати енергію,

у якому випаровування і/або перегрівання суміші вода/спирт на стадії (i) здійснюють щонайменше частково за рахунок енергії, рекуперованої на стадії (iii).

Відповідно до способу здійснення, конденсації на стадії (iii) передують механічне стиснення пари зневодненого спирту.

Відповідно до способу здійснення, конденсацію на стадії (iii) поєднують з випаровуванням рідкого теплоносія.

Відповідно до способу здійснення, рідкий теплоносіє після випаровування піддають стисненню.

Відповідно до способу здійснення, спиртом є етанол.

Відповідно до способу здійснення, суміш вода/спирт містить щонайменше 80 об'ємних % спирту, переважно щонайменше 90 об'ємних % спирту, переважно щонайменше 92 об'ємних % спирту.

Відповідно до способу здійснення, спосіб за винаходом містить одночасно і/або навперемінно зі стадіями (i)-(iii) наступну додаткову стадію:

(iv) регенерація шляхом подачі частини зневодненого спирту під тиском, який нижчий від атмосферного, на молекулярне сито, насичене водою, для десорбції адсорбованої води,

причому на цій стадії отримують вихідний потік.

Відповідно до способу здійснення, на стадії (iv) способу за винаходом проводять перегрівання частини зневодненого спирту, яка повинна перейти на молекулярне сито, насичене водою, для десорбції адсорбованої води.

Відповідно до способу здійснення, вихідний потік, отриманий на стадії (iv), комбінують із сумішшю вода/спирт, яка підлягає обробці.

Відповідно до способу здійснення, два, три або більше молекулярних сит працують у періодичному режимі.

Відповідно до способу здійснення, поглинаюча здатність у способі за винаходом складає менше 50 кг водяної пари на 100 літрів отриманого зневодненого спирту.

Об'єктом винаходу також є установка для зневоднення суміші вода/спирт, що включає в себе:

трубопровід для подачі суміші вода/спирт, яка підлягає обробці,

випарну установку, що забезпечує випаровування суміші, яка циркулює у вказаному трубопроводі,

перегрівник для перегрівання пари, яка виходить із випарної установки,

одну або декілька ємностей, які сполучені з перегрівником і містять молекулярне сито,

пристрій для конденсації зневодненого спирту, який встановлюється після ємностей і забезпечує часткову подачу енергії у випарну установку,

один або декілька трубопроводів для збирання зневодненого спирту, які знаходяться на виході з пристрою для конденсації.

Відповідно до способу здійснення, випарна установка включає в себе дистиляційну колону.

Відповідно до способу здійснення, пристрій для конденсації передбачається на рівні випарної установки для прямого випаровування суміші вода/спирт.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом містить, крім того, теплообмінник, який забезпечує часткову подачу енергії у випарну установку.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом містить механічний компресор, який знаходиться між ємностями і пристроєм для конденсації.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом включає в себе контур рідкого теплоносія, причому вказаний контур передбачений для забезпечення теплообміну між рідким теплоносієм і, з одного боку, зневодненим спиртом на рівні пристрою для конденсації, з іншого боку, водою або сумішшю вода/спирт на рівні випарної установки за допомогою прямого вприскування або за допомогою теплообмінника.

Відповідно до способу здійснення, контур рідкого теплоносія включає в себе систему термостатичної, у яку подається пара під високим тиском, і

яка передбачена для повторного стиснення теплоносія в пароподібному стані.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом додатково містить:

трубопроводи для десорбції, по яких частина зневодненого спирту переміщається до ємностей, трубопроводи для виведення потоку, що виходить з ємностей після регенерації.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом додатково містить рециркуляційний трубопровід, призначений для рециркуляції вихідного потоку у випарну установку.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом додатково містить рециркуляційний трубопровід, призначений для рециркуляції вихідного потоку в дистиляційний пристрій, подаючи пару в теплообмінник, призначений для подачі енергії у випарний пристрій.

Відповідно до способу здійснення, установка за винаходом додатково містить нагрівальний елемент, що перебуває в контакті з десорбційними трубопроводами.

Порівняно з рівнем техніки, про який говорилося вище, спосіб за винаходом забезпечує більш високу економію енергії, і, отже, зменшення вартості і шкоди для екології. Насправді спосіб за винаходом дозволяє рекуперувати (повторно використовувати) енергію пари зневодненого спирту, що утворюється на стадії адсорбції для того, щоб зменшити загальні енерговитрати під час здійснення способу зневоднення спирту. Звичайно, одного цього рециркулювання енергії недостатньо для випаровування і перегрівання суміші вода/спирт, і згідно з винаходом передбачені додаткові засоби для випаровування і перегрівання. Однак потрібно зазначити, що оскільки вартість отримання водяної пари вища, ніж вартість електрики, особливий інтерес має спосіб, що пропонується даним винаходом, задача якого полягає в тому, щоб знизити споживання водяної пари. Отримується виграш в енергозатратах від 30 % до 40 %.

Відповідно до окремого способу здійснення передбачена повторна компресія пари (пари зневодненого спирту або водяної пари), яка є особливо переважною щодо оптимізації енергозатрат.

Короткий опис фігур.

На фігурі 1, фігурі 1 bis і фігурі 1 ter схематично зображені три можливих типи установки за винаходом, що містять систему, яка називається термокомпресійною.

На фігурі 2 і фігурі 2 bis схематично зображені два можливих типи установки за винаходом, що містять систему, яка називається системою механічної компресії.

Нижченаведений опис стосується окремих способів здійснення винаходу і не обмежує загальний об'єм останнього.

Установка для термокомпресії.

Далі наводиться більш докладний опис способу здійснення за фіг. 1.

Ємність для зберігання 1 містить суміш вода/спирт, яка підлягає очищенню. Під ємністю для зберігання розуміють також будь-яку установку, яка може подавати суміш вода/спирт, що підлягає

обробці. Зокрема, установку, що знаходиться в дистиляційній камері, для цілей винаходу розглядають як ємність для зберігання 1 з випарною установкою 3. У випадку, зображеному на фіг. 1, цією випарною установкою 3 є звичайний випарник. Подача тепла в цей випарник здійснюється за допомогою теплообмінника 11. На виході з випарника приєднаний трубопровід 4, який розділяється на лінії 4a, 4b, 4c. Перегрівник 4' передбачений на відрізку трубопроводу 4. Кожна лінія 4a, 4b, 4c сполучена відповідно із входами ємностей 5a, 5b, 5c, у кожній із яких знаходиться молекулярне сито.

Сито, яке міститься в ємностях, є будь-яким ситом, придатним для адсорбції води. Як приклад воно може мати наступні характеристики: номінальний діаметр пор 3Å (0,3 нм). Зокрема, придатним ситом є синтетичні цеоліти, що мають кристалічну структуру типу А, які випускаються, наприклад, CECA, La Defence, France під назвою Siliporite EPX 3B.

Система клапанів (не показана) забезпечує навіперемінну роботу ємностей 5a, 5b, 5c у такий спосіб, що в кожний даний момент дві працюють, наприклад, у режимі зневоднення і до них, отже, подають суміш перегрітої пари води і спирту, тоді як третя працює в режимі регенерації.

Три випускних трубопроводи 6a, 6b і 6c, які сходяться в головний випускний трубопровід 6, передбачені на виході відповідно ємностей 5a, 5b, 5c. Головний випускний трубопровід 6 сполучений із пристроєм для конденсації (або теплообмінником або конденсатором-випарником) 10, на виході з якого підключений трубопровід для продукту 16, сполучений із зоною зберігання і/або обробки 17 зневодненого спирту.

Крім того, установка включає в себе контур рідкого теплоносія. Під "рідким теплоносієм" розуміють таку рідину, як вода, яка можливо знаходиться під тиском, або розплавлені солі, які циркулюють у трубопроводі, що відрізняється від призначеного для суміші вода/спирт, і для зневодненого спирту, який може приймати енергію частини зневодненого спирту при конденсації останнього (цей теплообмін, зокрема, призводить до випаровування рідкого теплоносія) і який може віддавати енергію суміші вода/спирт (цей теплообмін головним чином призводить до конденсації вказаного рідкого теплоносія).

Зокрема, контур рідкого теплоносія містить випарну ємність 12, тепло в яку подається із пристрою для конденсації 10. Пара, що виходить із випарної ємності 12, подається в термoeжектор 13, у який також подається пара із джерела під високим тиском 14 (казан, який не показаний на фігурі). Вихід термoeжектора 13 сполучений зі теплообмінником 11, який нагріває випарну установку 3. Контур рідкого теплоносія доповнює зворотна лінія трубопроводу, що з'єднує теплообмінник 11 з випарною ємністю 12, а також лінією 15 на виході з вказаного казана, який подає пару високого тиску 14.

До того ж потрібно відзначити, що установка включає в себе додаткові системи клапанів, вакуумних насосів і можливо перегрівника, які служать для того, щоб ємності 5a, 5b, 5c функціонували в режимі десорбції. Можуть бути передбачені контури десорбції (не показані) для подачі частини зневодненого спирту в ємності 5a, 5b, 5c, а також може бути пристрій для нагрівання, який працює разом з цими контурами десорбції. Крім того трубопроводи для відведення вихідного потоку 7a, 7b, 7c сполучені відповідно з кожною ємністю і вони сходяться в головний трубопровід відведення вихідного потоку 7, який проходить через пристрій для охолодження 8 (такий, як пристрій для водяного охолодження) і потім сполучається з зоною обробки і/або зберігання 9 вихідного потоку або елюату десорбції.

Фахівець зможе легко внести деякі зміни в описану вище установку. Наприклад, кількість ємностей, що містять молекулярне сито, може змінюватися і дорівнювати одному, двом або трьом і більше.

Більш конкретно, можливий варіант установки з термокомпресією згідно з винаходом, схематично показаний на фігурі 1 bis. На цій схемі випарна установка 3 є не просто випарником (як зображено на фіг. 1), а навпаки, містить дистиляційну установку. Перша особливість цього варіанта полягає в тому, що в дистиляційній установці в нижній частині дистиляційної колони знаходиться трубопровід для виведення води 25. Інша особливість цього варіанта полягає в тому, що головний трубопровід для відведення вихідного потоку 7 після проходження через пристрій для охолодження 8 виходить у рециркуляційний трубопровід 24, по якому відбувається живлення вказаної дистиляційної установки в доповнення до живлення через підвідний трубопровід 2.

Ще один варіант зображений на фіг. 1 ter. У цьому варіанті випарна установка 3 містить також дистиляційну колону, яку частково живлять по рециркуляційному трубопроводу 24. Але на цей раз трубопровід, по якому йде рідкий теплоносій, змінений і частково суміщений із головним трубопроводом, по якому йде суміш вода/спирт, так як дистиляційна колона інтегрована в контур рідкого теплоносія. Дійсно, теплоежектор 13 безпосередньо живить нижню частину дистиляційної колони, тоді трубопровід для виведення 25 живить зворотним потоком ємність для випаровування 12. Теплообмінник 11, таким чином, в цьому варіанті установки відсутній.

Установка механічної компресії.

Далі приводиться більш докладний опис способу здійснення за фіг. 2.

Установка, про яку йде мова, включає в себе ряд елементів, розташування яких аналогічне описаному для фіг. 1, а саме: ємність для зберігання, підвідний трубопровід 2, випарну установку 3 (яка на фіг. 2 є звичайним випарником), на виході з якої приєднаний трубопровід 4, який розділяється на лінії 4a, 4b, 4c, перегрівник 4' передбачений на відрізку трубопроводу 4, ємності 5a, 5b, 5c, в кожній із яких знаходиться молекулярне сито, яке живиться відповідно по лініях 4a, 4b, 4c; на виході

ємностей 5a, 5b, 5c з одного боку, випускні трубопроводи 6a, 6b і 6c сходяться в головний випускний трубопровід 6, і, з іншого боку, трубопроводи для відведення вихідного потоку 7a, 7b, 7c сходяться в головний трубопровід відведення вихідного потоку 7, який сполучений із пристроєм для охолодження 8, потім із зоною обробки і/або зберігання 9 елюату десорбції або вихідного потоку.

Не показана на фігурі система навіперемінного функціонування ємностей і перемикання режиму зневоднення на режим десорбції і навпаки подібна до тієї, яка зображена на фіг. 1.

Проте система, про яку йде мова, відрізняється від системи на фіг. 1 тим, що головний вивідний трубопровід 6 приєднаний на вході пристрою механічної компресії 18. На виході з останнього проміжний трубопровід 19 живить пристрій для конденсації 20, на виході з якого знаходиться трубопровід для збирання 16, сполучений із зоною зберігання і/або обробки 17 зневодненого спирту, як у попередньому випадку. З пристрою для конденсації 20 тепло надходить безпосередньо у випарну установку 3. Інша частина енергії, що подається у випарну установку 3, надходить з додаткового ланцюга, що містить теплообмінник 21, сполучений із входом джерела пари низького тиску 22 і виходом трубопроводу збирання конденсату 23.

З багатьох можливих варіантів цього пристрою механічної компресії переважна альтернатива представлена на фігурі 2 bis, на якій теплообмінник 21 не має прямого з'єднання з випарною установкою 3.

Дійсно, в цьому альтернативному рішенні є додатковий елемент, а саме дистиляційна колона 26. Основне живлення цієї дистиляційної колони забезпечується через рециркуляційну трубу 24. У нижній частині дистиляційної колони підключений трубопровід для виведення 30, тоді як верхня частина цієї колони сполучена з трубопроводом для виведення низького тиску 27, що живить теплообмінник 28. Теплообмінник забезпечує теплообмін між трубопроводом 27 і випарною установкою 3. До того ж трубопровід для збирання конденсату 29, сполучений із виходом з теплообмінника 28, розділяється на дві лінії, одна з яких забезпечує повернення в дистиляційну колону 26, а інша живить випарну установку 3 (додатково до живлення по підвідному трубопроводу 2). І нагрівання саме дистиляційної колони 26 (а не безпосередньо випарної установки 3) забезпечується додатковою лінією, що складається з теплообмінника 21, джерела пари 22 і трубопроводу для збирання конденсату 23.

Спосіб зневоднення спирту.

Далі приводиться докладний опис роботи описаних вище установок у рамках здійснення способу відповідно до винаходу.

Стадія (i)

Незалежно від типу установки, суміш вода/спирт, що підлягає обробці, подають із ємності для зберігання 1 через підвідний трубопровід 2 у випарну установку 3. У рамках даного опису спиртом є етанол. Дійсно, спосіб за винаходом головним чином призначений для здійснення, виходячи

з сировини з умістом цукру або крохмалю, у хімічній промисловості і, більш конкретно, при виробництві спиртового палива. Однак, способом за винаходом можна провести зневоднення й інших видів спирту, зокрема, бутанолу або пропанолу.

Суміш вода/спирт випаровується у випарній установці 3. На цьому етапі, якщо випарна установка 3 має дистиляційну колону, відбувається первинне розділення води і спирту (див. фіг. 1 bis). Це розділення дозволяє рекуперувати з нижньої частини колони десорбовану воду (чисту або майже чисту воду) по трубопроводу для виведення 2. У верхній частині колони рекуперують суміш вода/спирт з більш високим вмістом спирту. Отже, випарена суміш вода/спирт, яка йде по трубопроводу 4, має концентрацію спирту, що звичайно складає від 80 об'ємних % до 97 об'ємних %, при цьому верхню межу цього інтервалу досягають, якщо відбулася дистиляція і суміш знаходиться в азеотропній точці. На цій стадії випарена суміш знаходиться під абсолютним тиском від 1,6 до 2 бар (наприклад, при абсолютному тиску приблизно 1,8 бар) і при температурі, яка приблизно відповідає температурі випаровування суміші.

Пару води і спирту піддають перегріванню/нагріванню в перегрівнику 4'. Температура суміші на цій стадії підвищується звичайно до значення від 15° до 45° вище температури конденсації води. Ця температура є, таким чином, достатньою для того, щоб суміш вода/спирт залишалася в пароподібному стані під час її подачі в ємності, забезпечені молекулярним ситом.

Стадія (ii)

Суміш у пароподібному стані надходить потім у верхню частину однієї або декількох ємностей (позначених 5a і 5c), які працюють у режимі зневоднення, при температурі від 105 до 141 °C (зокрема, приблизно 128 °C) і під абсолютним тиском від 1,6 до 2 бар (зокрема, при абсолютному тиску приблизно 1,8 бар); вона проходить через молекулярне сито в низхідному напрямку. На виході з молекулярного сита пара зневодненого спирту перебуває при температурі від 100 до 125 °C (більш конкретно, приблизно 110-115 °C) і під абсолютним тиском, що називається адсорбційним, від 1,5 до 1,9 бар (більш конкретно, при абсолютному тиску приблизно 1,7 бар).

Всередині ємності переважним є рух зверху вниз, так як сито живлять зверху ємності і в такий спосіб полегшується заміна частини пошкодженого сита, оскільки сито пошкоджується головним чином на перших сантиметрах, через які тече оброблювана рідина. Під час проходження через ємності вода із суміші вода/спирт утримується ситом за рахунок адсорбції. Таким чином зневоднений спирт виходить із ємностей, про які йде мова, по одному або декількох вивідних трубопроводах (позначених 6a-6c), які сходяться у вивідний трубопровід 6.

Стадія (iv)

Однак, кожна ємність може також функціонувати по чергово в режимі регенерації. У режимі регенерації частину зневодненого спирту повторно подають у ємність знизу вгору. Ця частина зневодненого спирту відіграє роль десорбційної рідини.

Ємність, яка знаходиться в режимі регенерації і містить сито, насичене водою, заздалегідь піддають скиданню тиску за допомогою пристроїв, не показаних на фігурі, до абсолютного тиску, що називається десорбційним тиском, який нижчий від атмосферного і становить, наприклад, від 0,1 до 0,3 бар, зокрема, до абсолютного тиску приблизно 0,25 бар. У цій ємності парціальний тиск води, таким чином, знижується, що викликає її десорбцію з сита і десорбована водяна пара виводиться з ємності за рахунок потоку зневодненого спирту. Цей вихідний потік вода/спирт з підвищеним вмістом води (порядку 20-27 %) виходить із ємності по одному із трубопроводів для відведення вихідного потоку (позначених 7a-7c), потім по головному трубопроводу для відведення вихідного потоку 7. Вихідний потік (або елюат десорбції) охолоджують в установці для охолодження 8, потім відправляють у зону обробки і/або зберігання 9. Альтернативно, якщо випарна установка 3 має дистиляційну колону, можна рециркулювати елюат десорбції в дистиляційну колону по рециркуляційному трубопроводу 24 (див. фіг. 1 bis і 1 ter), що дозволяє рекуперувати спирт, який міститься в елюаті десорбції, шляхом його повторного вприскування на лінії зневоднення.

Потрібно зазначити, що можна піддати перегріванню десорбційну рідину до її подачі в ємність, що працює в режимі регенерації, як це, наприклад, описується в документі FR 2719039. Це додаткове перегрівання забезпечує поліпшення керування десорбцією, зокрема, забезпечуючи додатковий параметр регулювання (а саме додаткову температуру перегрівання), який дозволяє більш виразно розділяти адсорбцію і регенерацію. Це додаткове перегрівання дозволяє також підвищувати ефективність молекулярного сита і знижувати споживання спирту, що використовується як десорбційний газ.

Потрібно також зазначити, що кількість ємностей може бути одна, дві, три і більше.

Більш конкретно у випадку, якщо установка містить дві ємності, спосіб розділяється на послідовність циклів, у якій даний цикл містить першу стадію і другу стадію: під час першої стадії перше молекулярне сито працює спочатку в режимі зневоднення спирту (адсорбція), тоді як друге молекулярне сито працює в режимі регенерації (десорбція); потім у другій стадії перше молекулярне сито працює в режимі десорбції, тоді як друге молекулярне сито працює в режимі адсорбції.

Ця навперемінна робота дозволяє виготовляти зневоднений спирт по суті безперервно, що дає вигоду у часі і оптимізацію вартості порівняно з іншим можливим випадком, коли пристрій включає в себе тільки одну ємність для адсорбції.

У випадку, який ілюструють різні фігури, коли пристрій включає в себе три ємності, кожне молекулярне сито зазнає регенерації по черзі, за умови, що зневоднення суміші вода/спирт забезпечується переважно в будь-який момент двома молекулярними ситами з трьох із зсувом фронту десорбції між двома працюючими ситами.

Використання трьох або більше трьох молекулярних сит є особливо переважним при різній тривалості фаз адсорбції і десорбції.

Стадія (iii)

Пара зневодненого спирту, яка циркулює у вивідному трубопроводі 6, щонайменше її частина, яка не служить для регенерації молекулярних сит, забезпечує згодом частину енергії, необхідну для випаровування і перегрівання на вищезгаданій стадії (i) способом, що являє собою повторне використання енергії.

Відповідно до способу здійснення, що називається термокомпресійним, передача енергії здійснюється за допомогою рідкого теплоносія, яким у даному описі є вода. На фігурах 1 або 1 bis по вивідному трубопроводу 6 пара зневодненого спирту надходить в установку для конденсації 10, де ця пара зневодненого спирту конденсується (при падінні температури порядку від 5 до 10 °C) і передає енергію воді, що знаходиться у випарній ємності 12, яка випаровується. Після проходження через установку для конденсації 10 конденсований зневоднений спирт надходить по трубопроводу для збирання 16 в ємність для зберігання 17 зневодненого спирту.

На виході з випарної ємності 12 отримана водяна пара всмоктується термoeжектором 13 із джерела пари високого тиску 14, яке є механічним джерелом термoeжектора 13. Пара, що утворилася в ємності 12, має температуру від 84 до 90 °C (зокрема приблизно 87 °C) з відповідним абсолютним тиском пари, а саме приблизно 0,62 бар. Пара з джерела високого тиску 14 подається під абсолютним тиском від 12 до 45 бар, при відповідній мінімальній температурі насичення і може мати температуру перегріву від 10 до 40 °C. Термoeжектор подає таким чином стиснуту пару в теплообмінник 11. На фіг. 1 на виході з термoeжектора стиснута пара перебуває під абсолютним тиском від 1 до 1,4 бар (зокрема під абсолютним тиском приблизно 1,2 бар), що відповідає температурі насиченої пари, яка складає приблизно 105 °C. На фігурі 1 bis на виході з термoeжектора стиснута пара перебуває під абсолютним тиском від 2,25 до 3 бар, що відповідає температурі насиченої пари, яка складає від 124 до 133 °C (зокрема приблизно 128 °C). Стиснута пара конденсується до стану рідкої води в теплообміннику 11, втрачаючи приблизно від 5 до 10 °C, і при цьому віддає тепло суміші вода/спирт, що міститься у випарній установці 3, забезпечуючи випаровування.

До того ж конденсат рідкого теплоносія (вода в рідкому стані) на виході з теплообмінника 11 повторно прямує до випарної ємності 12 для часткового повторного випаровування. Кінцевий конденсат рідкого теплоносія, частина проміжного конденсату, який не був повторно випарований у випарній ємності 12 за допомогою випарної установки 10, знаходиться в істотно меншій кількості порівняно з системами з рівня техніки. Залежно від продуктивності термoeжектора повторно випарений конденсат складає від 25 до 35 % конденсату, отриманого за допомогою теплообмінника 11. Вказаний кінцевий конденсат виходить по вивідному трубопроводу 15, що виходить з випарної ємності

12, по якому його можна направити до казана, який є джерелом пари під високим тиском 14.

Відповідно до конкретного способу здійснення, зображеного на фіг. 1 ter, лінія теплоносія не повністю ізольована від лінії зневоднення спирту. Насправді в цьому випадку теплообмінник 11 відсутній і стиснуту водяну пару, що продукується термoeжектором 13, впорскують безпосередньо в кубову частину дистиляційної колони випарної установки 3, у якій акумулюється вода, виділена з суміші вода/спирт шляхом дистиляції. Подача тепла здійснюється таким чином безпосередньо в колону без посередництва теплообмінника 11, що дозволяє оптимізувати виробництво енергії. Трубопровід для виведення 25 на виході з нижньої частини колони забезпечує повернення води у випарну ємність 12.

Передачу енергії пари зневодненого спирту у випарну установку 3 можна також провести відповідно до іншого способу здійснення, що називається механічною компресією (див. фіг. 2 і фіг. 2 bis).

Відповідно до способу здійснення, пара зневодненого спирту, що виходить із вивідного трубопроводу 6, проходить в установку механічної компресії 18. Під час цього проходження тиск пари зневодненого спирту підвищується. Компресія пари спирту дозволяє підвищити температуру насичувальної пари приблизно на 8 °C, тобто перейти від температури насичувальної пари, що складає від 89 до 95 °C, до температури повторно стиснутої пари, яка відповідає температурі насичувальної пари, що складає від 97 до 103 °C. Компресія пари дозволяє таким чином перейти від тиску, що складає приблизно від 1,5 до 2 абс. бар, до тиску, що складає приблизно від 2,05 до 2,55 абс. бар. Перед повторною компресією пару зневодненого спирту піддають перегріванню від 10 до 30 °C. Цю пару частково охолоджують перед компресією для дотримання умов механічної стійкості компресора. Механічний компресор може бути типу "Roots" або "Soufflante" з декількома ступенями. Повторно стиснута у такий спосіб пара циркулює в проміжному трубопроводі 19 і її можна використовувати для випаровування (і перегрівання) безпосередньо частини суміші вода/спирт на стадії (i) без обов'язкового використання проміжного рідкого теплоносія просто шляхом конденсації повторно стиснутої пари спирту в пристрої для конденсації 20. Пару зневодненого спирту конденсують при температурі від 95 до 102 °C при відповідному тиску рівноваги. Як і в разі термокомпресії конденсований зневоднений спирт на виході з установки для конденсації 20 рекуперують по трубопроводу для збирання 16 і переміщують до наступного пристрою для зберігання або для обробки 17.

Оскільки тепла, переданого суміші вода/спирт на рівні установки для конденсації 20, недостатньо для забезпечення повного випаровування суміші вода/спирт на стадії (i), додатковий приплив енергії забезпечують на рівні теплообмінника 21 шляхом конденсації додаткової пари (при низькому тиску) 22, яка є головним чином водяною парою, але може також бути будь-якою іншою парою.

Конденсат, отриманий внаслідок конденсації додаткової пари, рекуперують у трубопроводі 23.

По додатковій лінії, про яку йде мова, можна подавати енергію прямо у випарну установку 3 за допомогою контакту між теплообмінником 21 і випарною установкою 3, як у випадку, наприклад, способу здійснення за фіг. 2, або ця подача енергії може бути непрямою, як у випадку, наприклад, способу здійснення за фіг. 2 bis. Насправді в цьому другому варіанті додаткова лінія нагріває дистильційну колону 26, в яку елюат десорбції подається по рециркуляційному трубопроводу 24 і яка забезпечує розділення води і спирту цього елюату десорбції. Випарена суміш вода/спирт, що надходить з дистильційної колони 26 з відновленою концентрацією спирту порівняно з елюатом десорбції, прямує по трубопроводу 27 в теплообмінник 28, де вона конденсується і частково нагріває випарну установку 3. Конденсат суміші вода/спирт на виході з обмінника 28 направляють у трубопровід 29 для часткового повернення в дистильційну колону 26 і частково для повернення у випарну установку 3. Таким чином у цьому варіанті здійснення (як і в способах здійснення термокомпресії, зображених на фіг. 1 bis і фіг. 1 ter) рециркуляція енергії, що забезпечується винаходом, подвоюється за рахунок матеріальної рециркуляції елюату десорбції, спиртову частину якого рекуперують.

Зневоднений спирт, отриманий способом за винаходом у різних варіантах його здійснення, звичайно має міру чистоти 99,9 об. %.

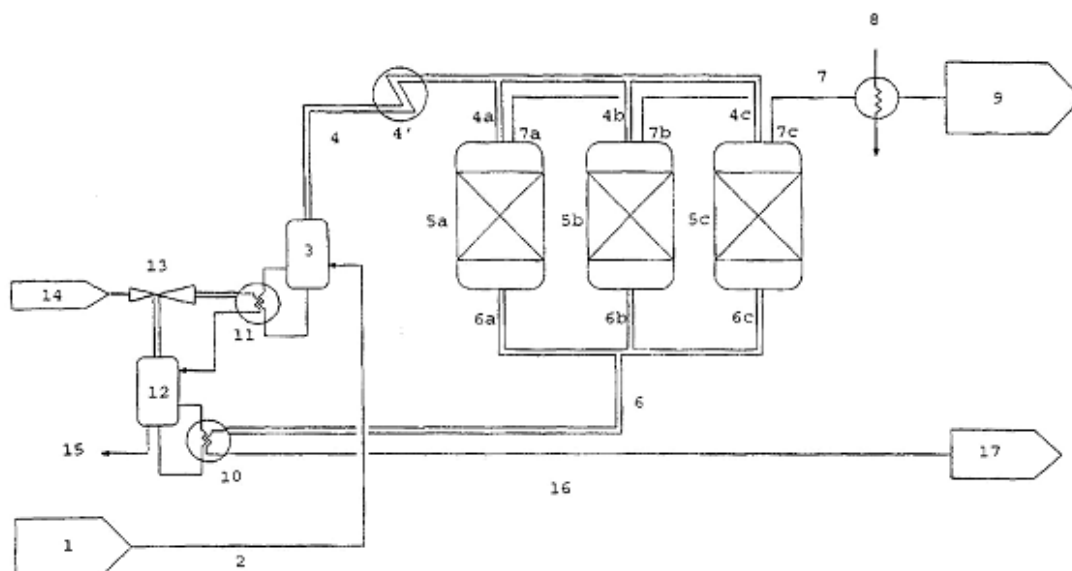
Потрібно брати до уваги, що під час початкової фази способу, тобто до початку отримання зневодненого спирту, теплову енергію якого можна рециркулювати, працюють тільки додаткові засоби, що забезпечують випаровування і перегрівання суміші вода/спирт.

Приклади.

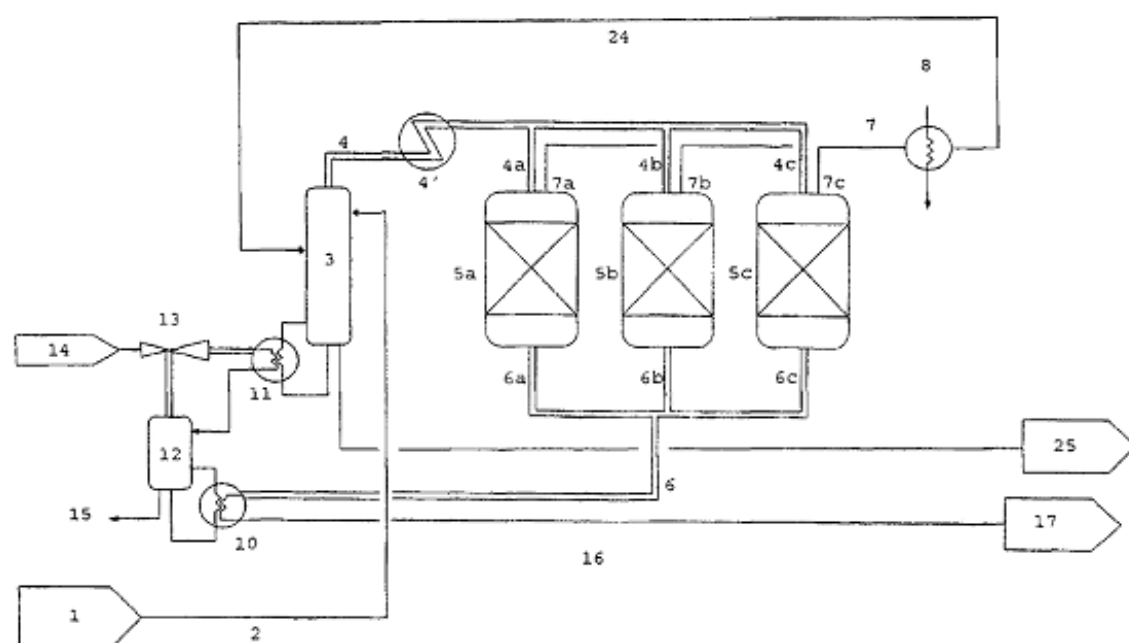
Був здійснений приклад установки за винаходом відповідно до способу здійснення за фіг. 1 bis. Продуктом, що підлягає зневодненню, був неочищений спирт з концентрацією 93 об. %. Установка працювала за рахунок пари під високим ефективним тиском 22 бар. Цей приклад дозволяє зменшити споживання пари до 40 кг на 100 отриманих літрів чистого спирту, на відміну від 60 кг на 100 літрів у разі традиційного способу зневоднення спирту на молекулярному ситі при використанні пари при ефективному низькому тиску 2 бар. Споживання електроенергії установкою становить 25 кВт.

Інший приклад використання за винаходом відповідно до способу здійснення, зображеного на фігурі 2 bis, був також здійснений. Ця установка споживає 35 кг пари при ефективному низькому тиску 4 бар на 100 отриманих літрів чистого спирту і 140 кВт електроенергії.

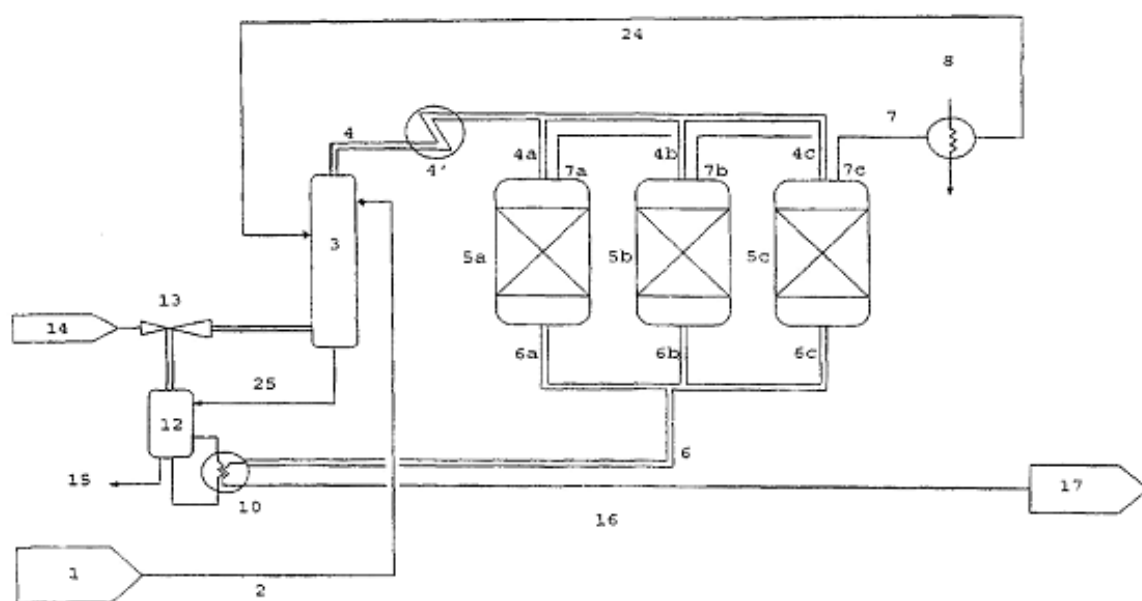
В обох прикладах середня продуктивність становить приблизно 200 м³ зневодненого спирту за день.



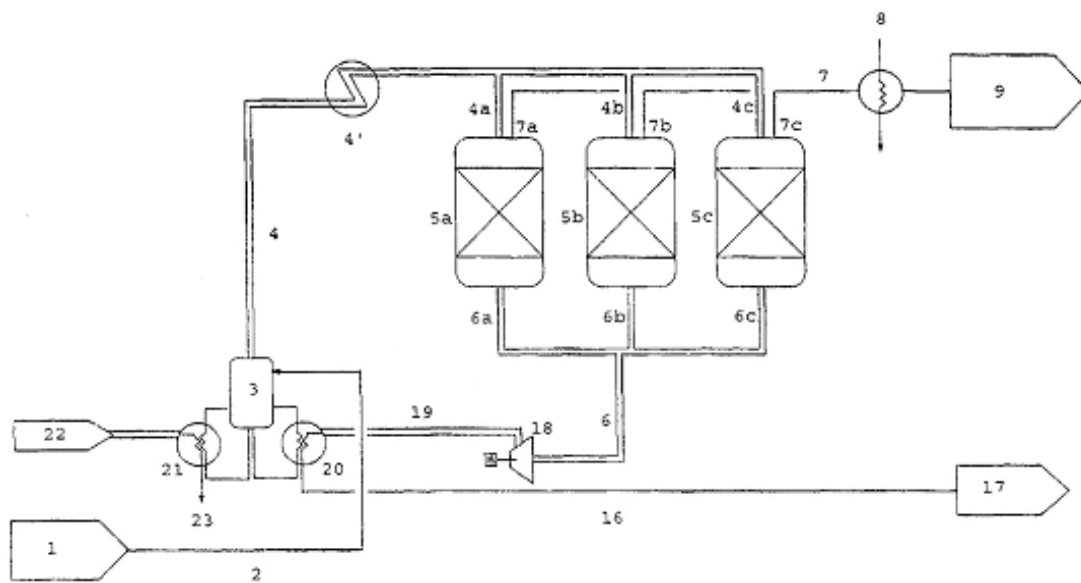
Фіг. 1



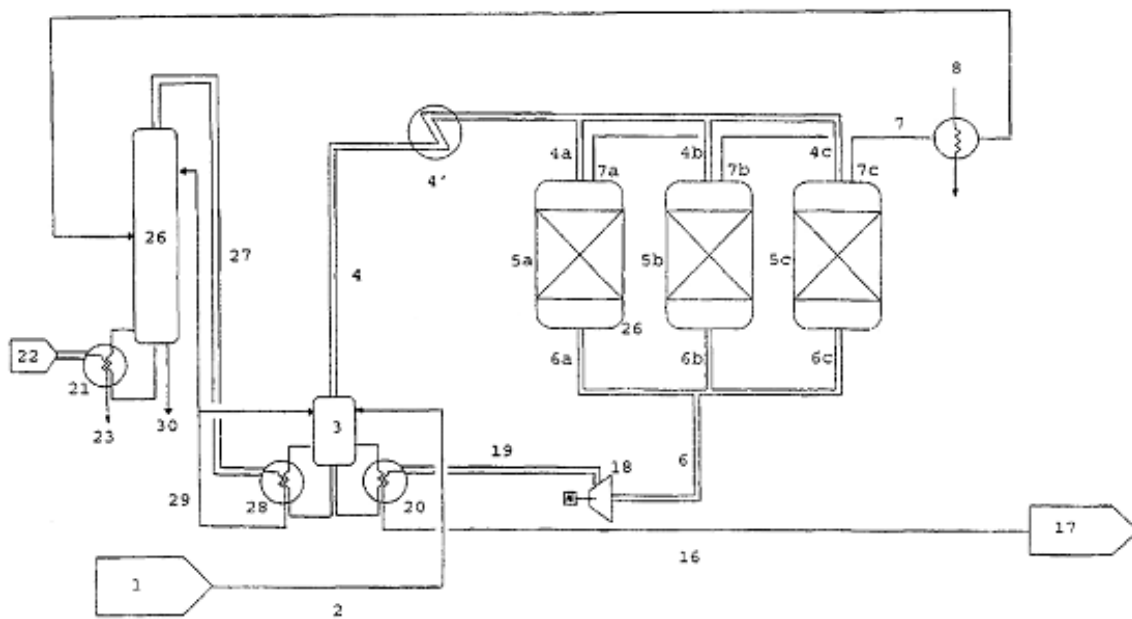
Φir. 1 bis



Φir. 1 ter



Фиг. 2



Фиг. 2 bis