



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

КОМИТЕТ ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ  
при СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

## АВТОРСКОЕ СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 257487

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР,  
Комитет по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР  
выдал настоящее свидетельство

Украинскому научно-исследовательскому институту  
спиртовой и ликеро-водочной промышленности

на изобретение "Способ выделения высших спиртов из сивушного  
масла"

по заявке № I202452 с приоритетом от 12 декабря 1967г.  
авторы изобретения: ОСИПЕНКО Алексей Афанасьевич  
и другие, указанные в прилагаемом описании.

Зарегистрировано в Государственном реестре  
изобретений Союза ССР

12 сентября 19 69 г.

Действие авторского свидетельства распро-  
страняется на всю территорию Союза ССР

Председатель  
Комитета

Начальник отдела

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Гаврилов", written over a red wax seal.

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Внушин", written below the signature of the Chairman.

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Комитет по делам  
изобретений и открытий при  
Совете Министров СССР

# О П И С А Н И Е 257487 ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

Зависимое от авт. свидетельства № -  
Заявлено 12.XII.1967 (№ 1202452/23-4)  
с присоединением заявки № -  
Приоритет  
Опубликовано 20.XI.1969 Бюллетень № 36  
Дата опубликования описания

Кл. 12o, 5/02

МПК С 07с

УДК 547.261 - 268.07  
(088.8)

Авторы  
изобретения

**В. Г. Артюхов, А. С. Егоров, А. А. Осипенко и Д. С. Березникова**

Заявитель

**Украинский научно-исследовательский институт спиртовой  
и ликеро-водочной промышленности**

## СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ВЫСШИХ СПИРТОВ ИЗ СИВУШНОГО МАСЛА

Одним из основных источников получения высших спиртов (н.пропилового, изобутилового и изоамилового) является побочный продукт спиртового брожения и отход ректификации этилового спирта – сивушное масло. В спиртах из сивушного масла отсутствуют канцерогенные и особо вредные примеси. Поэтому преимущественно эти спирты используют для производства синтетических душистых веществ и лекарственных препаратов.

В промышленности для выделения спиртов сивушное масло подвергают разгонке путем периодической ректификации. Выход чистых спиртов при этом составляет всего 80–85%, так как из-за несовершенства технологии получается неразделяемая смесь этанола и нормального пропанола с небольшим количеством изобутанола. Пропиловый спирт в чистом виде по этой технологии выделить невозможно, и он полностью переходит в отход, так называемую «горючую фракцию».

Процесс перегонки сивушного масла путем периодической ректификации очень трудоемок, связан с многократными разгонками промежуточных погонов и, как следствие этого, – с большими потерями алкоголя. Продукты получаются невысокого качества из-за нечеткого фракционирования и загрязнения кислотами, эфирами, альдегидами и другими примесями, содержащимися в сивушном масле.

Затрудняет фракционирование входящая в состав сивушного масла вода (8–10%), образующая двойные нераздельно кипящие смеси со спиртами с минимумом температуры кипения. Если бы сивушное масло представляло безводную смесь спиртов, разделение их можно было бы осуществлять последовательным фракционированием на непрерывнодействующих ректификационных колоннах. Поэтому для реализации более прогрессивной технологии необходимо решить вопрос о предварительном обезвоживании

сивушного масла. В промышленности для обезвоживания спиртов применяют азеотропную или экстрактивную ректификацию с использованием в качестве разделяющего агента бензола или бензола в смеси с некоторыми фракциями бензина, высокомолекулярных спиртов, фуранов, алкилфуранов и других органических соединений, которые образуют гетерогенные смеси с водой. Использование перечисленных соединений усложняет и удорожает процесс обезвоживания, так как требует регенерации разделяющего агента. Особые затруднения возникают при организации переработки сивушного масла в спиртовой промышленности, так как большинство этих веществ нехарактерно спиртовому производству и будет загрязнять спиртовые погоны, в том числе этиловую фракцию.

С целью осуществления процесса по непрерывной схеме предлагается сивушное масло предварительно обезвоживать азеотропно-экстрактивной ректификацией с использованием в качестве разделяющего агента изоамилового спирта.

Предлагаемый способ позволяет выделить из сивушного масла высококачественные изоамиловый, изобутиловый и нормальный пропиловый спирты.

Способ осуществляют следующим образом.

Сивушное масло, подлежащее разгонке, вначале очищают для обеспечения высокого качества полученных продуктов, затем обезвоживают (остаток воды в безводном продукте не более 0,09%), что позволяет вести фракционное разделение по непрерывной схеме с выделением чистых спиртов.

Для очистки сивушного масла от ряда примесей (кислот, эфиров, альдегидов, азотистых и сернистых соединений, пиридина и других примесей) его обрабатывают щелочью в реакторах-подогревателях и затем подвергают перегонке с водяным паром. Продукты связывания и разрушения выводят с кубовым погоном – лютером в процессе последующей перегонки. После щелочной обработки и перегонки в дистилляте получается прозрачное, не загрязненное взвесями сивушное масло, в котором, по данным производственных опытов, кислот нет, эфиров 50–100 мг/л, альдегидов нет, непредельных в пересчете на бром не более 0,01 г на 100 г продукта.

Для обезвоживания сивушное масло подвергают азеотропно-экстрактивной ректификации на непрерывнодействующей колонне.

В качестве разделяющего агента используют изоамиловый спирт, который образует с водой гетерогенные дистилляты с содержанием воды до 49%. Вместе с тем изоамиловый спирт является естественным компонентом сивушного масла.

Для выделения чистых спиртов используют непрерывно действующие ректификационные колонны, на которых достигается четкое фракционное разделение практически безводной смеси спиртов.

На первом этапе выделяют изоамиловый спирт, содержание которого в сивушном масле более 55%. Это позволяет резко уменьшить дальнейший объем перерабатываемого погона и тем самым уменьшить габариты аппаратуры и сократить затраты на фракционирование.

На втором этапе вместе с этиловым спиртом выделяются и многие летучие головные примеси, в том числе остатки эфиров, аминов, а также остатки воды, небольшое количество которой не отделилось при обезвоживании (нарушение режима). Выделение этанола на втором этапе позволяет предупредить дальнейшее нарушение технологии фракционирования и стабилизировать, работу колонны разделения н.пропилового и изобутилового спиртов.

На третьем этапе разделяют н.пропиловый и изобутиловый спирты. Предусмотрено, что н.пропанол для исключения загрязнений этанолом и легколетучими примесями подвергается пастеризации – отбирается в жидком виде с верхних тарелок, а часть погона конденсатора этой колонны возвращается в колонну выделения этилового спирта.

## **Описание технологической схемы производства изоамилового, изобутилового и н.пропилового спиртов из сивушного масла.**

Выделение спиртов из сивушного масла осуществляют на пятиколонном ректификационном аппарате. Сивушное масло для переработки поступает в напорную емкость, откуда его направляют для подогрева в холодильник изоамилового спирта. При этом используют тепло отбираемого продукта для подогрева сырья. Подогретое сивушное масло затем направляют в смеситель, в который одновременно из напорного чана поступает приготовленный на воде (лютере) раствор щелочи. Из смесителя сивушное масло со щелочью выводят в реактор-подогреватель. В реакторе сивушное масло подогревают до температуры 85–90°С, выдерживают в течение 40–45 мин (достаточно для связывания кислот, разрушения эфиров и других примесей). Из реактора сивушное масло поступает на верхнюю тарелку выварной колонны. Колонна должна иметь 15–20 тарелок.

В процессе перегонки с водяным паром в этой колонне сивушное масло освобождается от связанных и разрушенных щелочью примесей. Спиртовые компоненты сивушного масла отгоняют с водяными парами. Спирто-водяной дистиллят из дефлегматора поступает в разделительный сосуд, где он расслаивается. Верхний слой — очищенное сивушное масло — направляют в колонну обезвоживания, а нижний, водный, возвращают на верхнюю тарелку колонны или в напорный сборник щелочи.

В колонне для обезвоживания сивушного масла должно быть 30–35 тарелок, в том числе 10 тарелок в зоне экстракции. Очищенное сивушное масло поступает на десятую тарелку (считая сверху). На верхнюю тарелку вводят разделяющий агент — изоамиловый спирт в количестве 30–35% к поступающему в эту колонну сивушному маслу.

Изоамиловый спирт с водой образует гетерогенный дистиллят, который разделяется в разделительном сосуде. Пары и газы из дефлегматора колонны обезвоживания и дефлегматора выварной колонны направляют в конденсатор-ловушку, из которой водо-алкогольный погон поступает в разделительный сосуд, а неконденсирующиеся газы — в атмосферу.

Безводное сивушное масло из колонны выводят во фракционирующую часть установки — на питательную тарелку колонны выделения изоамилового спирта.

Колонна обезвоживания, а также все колонны фракционирования обогреваются паром через кипятильники, которые по конструкции могут быть выносными или встроенными.

Колонна для выделения изоамилового спирта должна иметь 40–45 тарелок, в том числе 20–26 в исчерпывающей части. Изоамиловый спирт выводят с нижних (второй–четвертой) тарелок.

В дистиллят переходит этиловый, н.пропиловый и изобутиловый спирты. Из дефлегматора этот погон поступает в колонну выделения этилового спирта. Эта колонна имеет 40–45 тарелок, в том числе 20–25 в исчерпывающей части. Этиловый спирт отбирается из дефлегматора этой колонны в виде дистиллята, а н.пропиловый и изобутиловый спирты переходят в кубовый погон и отбираются с второй тарелок колонны.

Кубовый погон колонны направляется в колонну, где его разделяют с отбором из кубовой части изобутилового спирта, а с верхних тарелок — н.пропилового спирта. Колонна имеет дефлегматор и конденсатор. Из последнего отбирают часть погона, в котором может быть этанол и некоторые легколетучие примеси. Этот погон направляют в этанольную колонну, чем достигается дополнительная очистка н.пропилового спирта от этанола и примесей.

Характеристика технологического режима работы установки приведена в таблице.

Показатели	Показатели по колоннам:				
	выварная	обезвоживания сивушного масла	выделения изоамилового спирта	выделения этилового спирта	разделение смеси пропилового и изобутилового спиртов
Число тарелок	20	35	40	45	45
В том числе выварных	20	20	25	25	25
Флегмовое число	3,2–3,3	3,7–4,0	3,5–3,7	5,2–5,5	3,2–3,5
Расход на 100 кг сивушного масла:					
пара	116	103	61	27	20
воды	1160	852	518	277	215
Температурные показатели работы колонн, °С:					
в кубовой части	103	115–118	129–132	100–103	108–109
в средней зоне выварной части	–	108–110	120–123	95–97	103–105
над питательной тарелкой	–	95,5–98	118–120	92–95	100–103
в средней зоне укрепляющей части	–	–	–	82–83	99–100
над верхней тарелкой	93–97	93–97	103–105	78,5–79,0	97–98

Расход щелочного раствора на 100 кг сивушного масла в пересчете на NaOH 0,4–0,8 кг и регулируется по данным определения pH в водном погоне из разделительного сосуда или в лютере

Отбор погона из конденсата колонны разделения н.пропилового и изобутилового спиртов регулируется по данным анализа пропилового спирта.

Спирты, полученные из сивушного масла по предлагаемой технологии, соответствуют всем требованиям технических условий СТУ 30-9113-63, ТУ 30-53 и ВТУ № 29 Главпарфюмера и по ряду показателей превосходят продукты с показателями этих ТУ. Например, содержание кислот, эфиров, альдегидов и непредельных соединений в спиртах находится на уровне продуктов марки «чда».

### Предмет изобретения

Способ выделения высших спиртов из сивушного масла ректификацией, отличающийся тем, что, с целью осуществления процесса по непрерывной схеме, сивушное масло предварительно обезвоживают азеотропно-экстрактивной ректификацией с использованием в качестве разделяющего агента изоамилового спирта.

Составитель **Л. Крючкова**

Редактор **С. Лазарева**

Техред **Л. Я. Левина**

Корректор **Л. Л. Евдонов**

---

Заказ 233/1940

Тираж 480

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР

Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

---

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»