

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202390019 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2023.04.28(51) Int. Cl. C07C 29/80 (2006.01)
C07C 31/04 (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)(22) Дата подачи заявки
2021.06.23

(54) СПОСОБ И АППАРАТ ДЛЯ ДИСТИЛЛЯЦИИ

(31) 20182805.0

(32) 2020.06.29

(33) EP

(86) PCT/EP2021/067159

(87) WO 2022/002721 2022.01.06

(71) Заявитель:
ТОПСЁЭ А/С (DK)

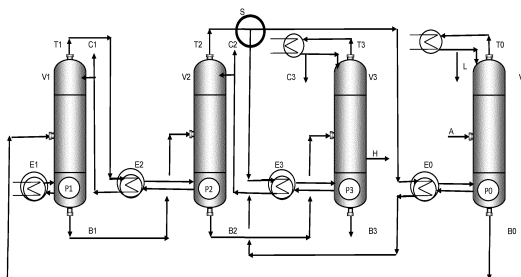
(72) Изобретатель:

Сёренсен Эсбен Лауге, Даль Пер
Юуль (DK), Кларидге Таис Бьерг
(SE), Квинтеро Йоханнес (DK)

(74) Представитель:

Беляева Е.Н. (BY)

(57) Изобретение относится к аппарату и способу дистилляции метанола, тем не менее его также можно использовать для дистилляции других продуктов, таких как этанол. Целью настоящего изобретения является снижение расхода энергии и охлаждающей воды и/или электроэнергии в способе дистилляции промежуточного сырья, включающем этап предварительной подготовки, известный как этап стабилизации, на котором происходит удаление летучих компонентов, а также этап концентрирования, который включает в себя одну или более колонн для дистилляции.



A1

202390019

202390019

A1

Способ и аппарат для дистилляции

Область применения

Настоящее изобретение относится к способу, аппарату и установке для дистилляции метанола. Указанный способ и аппарат также могут быть использованы для дистилляции других продуктов, таких как этанол.

Уровень техники

Известно, что продукт, получаемый на установках для синтеза метанола, обычно именуемый метанол-сырец, представляет собой водный раствор метанола, содержащий побочные продукты реакции синтеза, в том числе этанол, кетоны, высшие спирты и некоторые растворенные газы, включая преимущественно H_2 , CO , CO_2 , N_2 , CH_4 .

Метанол-сырец подвергают перегонке с тем, чтобы соответствовать действующим на рынке техническим условиям по чистоте. Например, технические условия для сорта АА предполагают минимальную концентрацию метанола на уровне 99,85 мас.%, при этом содержание этанола не должно превышать 10 мас.ч./млн.

В основе известных способов дистилляции лежит использование преимущественно одной или более дистилляционных колонн, где, как правило, по меньшей мере, одна колонна способна отделять легкие продукты (например, газ), извлеченные из верхней секции колонны, от метанола, и, по меньшей мере, одна колонна способна отделять более тяжелый продукт (например, водный раствор), извлеченный из метанола в нижней секции колонны, от метанола.

Специализированный способ, который широко применяют, например, для дистилляции метанола, включает в себя две колонны, которые работают при атмосферном или близком к нему давлении. Более конкретно, в указанном способе используют колонну предварительной обработки, известную как стабилизирующая колонна или колонна предварительного прогона, и вторую дистилляционную колонну. Первая колонна главным образом предназначена для отделения более летучих компонентов, содержащихся в метаноле-сырце, для чего на нее подают метанол-сырец и в ней происходит отделение легких компонентов вверху и

водного раствора внизу. Фактическая дистилляция происходит во второй колонне, именуемой концентрационной колонной, в верхнюю часть которой поступает (i) очищенный метанол, а в нижнюю часть (ii) преимущественно водный раствор («нижняя вода»), (iii) боковой погон, известный как «сивушное масло», в основном содержащее воду, остаточный метанол (порядка 1% от общего количества) и большинство побочных продуктов реакции синтеза. Указанное сивушное масло имеет определенную теплотворную способность и обычно используется в качестве топлива или сырья при получении синтез-газа.

Каждая колонна содержит ребойлер, который нагревает нижнюю часть колонны и обеспечивает подачу тепла в способе дистилляции. Каждая колонна также содержит конденсатор, который используют для конденсации верхнего продукта и его (по меньшей мере, частичного) возврата в указанную колонну. Подачу тепла в концентрационную (или дистилляционную) колонну осуществляют за счет пара или технологического газа (при наличии такового) с соответствующей теплотворной способностью. В качестве охладителя в случае с конденсатором обычно используют воду или воздух. Указанная конфигурация с двумя колоннами является простой с точки зрения устройства (например, установки дистилляции метанола), но для нее характерен существенный недостаток, заключающийся в расходе большого количества энергии, как в виде тепла, подаваемого к нижним ребойлерам, так и в виде охлаждающей воды и/или электроэнергии верхних конденсаторов. Более того, колонны имеют достаточно большой диаметр относительно производительности, и, соответственно, стоимость установки высока.

Расход тепла на два нижних ребойлера составляет порядка $3,35 \times 10^9$ Дж (0,8 Гкал) на тонну очищенного метанола. Ввиду того, что затраты энергии, необходимые для производства тонны метанола-сырца, составляют порядка $25,10 - 33,47 \times 10^9$ Дж (6 - 8 Гкал), затраты энергии на дистилляцию оцениваются на уровне 10% от общего расхода установки. Тепло, отводимое в конденсаторах, сопоставимо с теплом, поглощаемым в ребойлерах. Например, теоретически при отводе указанного тепла исключительно с помощью охлаждающей воды, существенным является расход, т.е. около 80 м^3 на тонну метанола, и, следовательно, большие затраты на перекачку и т.д.

Существуют и другие известные установки и способы дистилляции, которые позволяют хотя бы частично устранить указанные недостатки.

US 4 210 495 описывает способ с тремя дистилляционными колоннами, т.е. колонной предварительной обработки или стабилизационной колонной и двумя колоннами концентрирования, т.е. колонной, работающей при среднем давлении порядка 7 - 8 бар, и, соответственно, колонной конечного концентрирования. Стабилизационная колонна и колонна конечного концентрирования работают в основном при атмосферном давлении или немного более высоком давлении (например, 1,5 бар). Указанная конфигурация позволяет конденсировать верхние пары колонны среднего давления в нижнем ребойлере колонны конечного концентрирования при атмосферном давлении, осуществляя рекуперацию тепла, при этом данная концепция известна как «колонны со ступенями» или «каскадные колонны». Концепция колонны со ступенями может использоваться неоднократно, например, путем использования концентрационной колонны высокого давления для подачи тепла в концентрационную колонну, работающую при промежуточном давлении, которая, в свою очередь, отдает тепло в колонну, работающую при низком давлении. Однако и стабилизационная колонна, и концентрационная колонна, работающие при наиболее высоком давлении, должны нагреваться, соответственно, удельный расход остается на высоком уровне, хотя он и ниже, чем у установки с двумя колоннами.

Дальнейшее развитие данной идеи раскрыто в WO2013110369, которая описывает способ, в котором колонна окончательной дистилляции работает при самом высоком давлении, что позволяет конденсировать пары вверху последней концентрационной колонны для подачи тепла в ребойлер для стабилизационной колонны. Данная конфигурация позволяет снизить расход энергии по сравнению с конфигурацией технологического процесса, предусмотренной заявкой US 4 210 495, при этом данная конфигурация имеет существенный недостаток, который заключается в том, что все концентрационные колонны будут работать при давлении, которое превышает необходимое, а еще один недостаток данной конфигурации заключается в несоответствии между загрузкой конденсатора стабилизационной колонны и загрузкой ребойлера последней концентрационной колонны, поскольку количество тепла, необходимое для стабилизирующей

колонны, намного меньше ($\sim 30-70\%$), чем количество тепла, необходимое для последней концентрационной колонны.

Следствием несоответствия между загрузкой конденсатора стабилизационной колонны и загрузкой ребойлера последней концентрационной колонны является то, что либо часть конденсирующей способности последней концентрационной колонны будет обеспечиваться отдельным конденсатором, который охлаждается воздухом или водой (дополнительные затраты и расход энергии), либо стабилизирующая колонна будет излишне большой (в диаметре).

Недостаток повышенного давления в концентрационных колоннах удваивается. Во-первых, повышение давления в концентрационной колонне предполагает более жесткие требования к источнику тепла, соответственно источник тепла, который подходит для нагрева двух колонн ступенчатого концентрирования, может оказаться неподходящим для нагрева трех колонн ступенчатого концентрирования, получаемых в результате такой конфигурации. Еще одним недостатком является то, что эффективность разделения в концентрационных колоннах снижается по мере увеличения давления. Это, в свою очередь, как видно из Таблиц 1 и 2, приводит к повышенному расходу энергии для данной дистилляционной колонны.

Таблица 1 – Сырье для колонны, устройство и производительность колонны, достигаемые при помощи способа и аппарата по настоящему изобретению.

Сырье для колонны, моль. %	
MeOH	66,61
H ₂ O	33,00
EtOH	0,25
Высшие спирты	0,14
Стадии равновесия	49
Перепады давления по колонне, бар	0,9
Выход MeOH	98%
Чистота MeOH	99,999%
Выход воды	93%
Чистота воды	99,998%

Таблица 2 – Обязательная тепловая мощность ребойлера (Дж/ч и Гкал/час) при различных значениях давления

Давление, бар и.д.	Тепловая мощность ребойлера, Дж/ч (Гкал/час)
0,1	260.66 x 10 ⁹ J (62,3)
0,6	304.39 x 10 ⁹ J (72,75)
1,1	349.78 x 10 ⁹ J (83,6)
2,1	453.13 x 10 ⁹ J (108,3)

Документ WO2013110369 решает проблему расхода большого количества энергии, как в виде тепла, подаваемого к нижним ребойлерам, так и в виде охлаждающей воды и/или электропотребления верхних конденсаторов. Тем не менее, в нем не содержится (и не предлагается) действенное решение данной проблемы, когда предусмотрено более 2 концентрационных колонн для дистилляции метанола, которое позволяет обеспечить сопоставимую экономию энергии.

В настоящем документе высказано предположение, что использование значительно более высокого давления внизу (т.е. в колонне окончательной дистилляции, которая соответствует колонне V3 по настоящему изобретению) позволяет повысить энергоэффективность и оптимизировать тепловые потоки, а также путем увеличения давления в нижней секции (которая соответствует P3 по настоящему изобретению), дистиллированный метанол в газообразном состоянии, полученный на этапе дистилляции в нижней секции, имеет значительно более высокую температуру, чем температура в верхней секции (которая соответствует стабилизационной колонне V0 по настоящему изобретению), при этом его достаточно для того, чтобы поток указанного дистиллированного метанола можно было использовать в качестве источника тепла на этапе предварительной дистилляции в верхней секции колонны. Изобретение, предусмотренное настоящим документом, позволяет уменьшить или исключить расход тепла (например, от конденсации пара) для нагрева в способе дистилляции в верхней секции колонны. В нем описано, что давление p4 в нижней секции колонны значительно выше давления верхней части p1, соответственно температура газообразного метанола, дистилляция которого выполняется в колонне 400,

существенно выше температуры жидкости в нижней секции колонны 100. В нем также указано, что перепад температур составляет, по меньшей мере, 10°C , т.е. температура газообразного метанола в верхней части колонны 400, по меньшей мере, на 10 градусов Цельсия выше температуры жидкости в нижней секции колонны 100. Именно это позволяет использовать, по меньшей мере, часть указанного газообразного метанола для нагрева, по меньшей мере, частично колонны 100, в верхней секции которой происходит дистилляция.

CN108101748 и другие документы также указывают энергоэффективный способ и устройство очистки метанола, которые представляют собой энергоэффективный технологический процесс и устройство для получения метанола из метанола-сырца с использованием четырех колонн, и относится к снижению потребления энергии в процессе эксплуатации, однако, непонятно и не указано, как этого можно добиться, и каковы технологические решения.

Описание изобретения

Настоящее изобретение относится к аппарату и способу дистилляции метанола (фиг. 1), тем не менее, они также могут быть использованы для дистилляции других продуктов, таких как этанол.

Целью настоящего изобретения является снижение расхода энергии и охлаждающей воды и/или электроэнергии в способе дистилляции промежуточного сырья (например, метанола), включающем этап предварительной обработки, известный как этап стабилизации, на котором происходит удаление летучих компонентов, а также этап концентрирования, включающий одну или более колонн для дистилляции.

Указанная цель достигается посредством способа очистки или дистилляции потока (А) метанола-сырца, включающего в предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения:

- (i) предварительную обработку потока А метанола-сырца в стабилизационной колонне V0 при давлении P0 для отделения летучих компонентов с получением потока легких газов L из верхней секции V0 и потока жидкости B0, содержащего метанол из нижней секции V0,
- (ii) B0 затем подают в концентрационную колонну V1 при давлении P1,

- (iii) газообразный поток T1, извлеченный из верхней секции V1, конденсируют в теплообменнике E2, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V2,
- (iv) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (iii), направляют в продукт C1, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V1 и используют в качестве возвратного потока,
- (v) поток жидкости B1, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V1 и подают далее на V2 при давлении P2,
- (vi) газообразный поток T2, извлеченный из верхней секции V2, разделяют (S) на два отдельных потока, один поток конденсируют в теплообменнике E0, обеспечивая подачу энергии к V0, а другой поток конденсируют в теплообменнике E3, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V3,
- (vii) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (vi), направляют в продукт, C2, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V2 и используют в качестве возвратного потока,
- (viii) поток жидкости B2, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V2 и подают далее на V3 при давлении P3,
- (ix) газообразный поток T3, полученный из верхней секции V3, конденсируют, при этом часть конденсированного метанола направляют в продукт, C3, а оставшуюся часть добавляют в верхнюю секцию V3 и используют в качестве возвратного потока,
- (x) один или более боковых погонов Н, содержащих высшие спирты и другие второстепенные побочные продукты, выводят из V3, и поток жидкости B3 выводят из V3,

причем:

- колонны V1, V2 и V3 работают при пониженных давлениях, вследствие чего $P1 > P2 > P3$,
- $P0 > 0$ бар и.д., и $P3 > 0$ бар и.д.,
- каждая из колонн V0, V1, V2 и V3 связана соответственно с теплообменником E0, E1, E2 и E3, который выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны,

- теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- теплообменник E2 является конденсатором колонны V1.

отличающегося тем, что:

- $P3 < 2$ бар и.д.; и
- теплообменник E1 получает энергию от внешнего источника.

А также аппарат для дистилляции метанола, содержащий стабилизирующую колонну V0, работающую при давлении P0, последовательно соединенную, по меньшей мере, с 3 колоннами B1, B2 и B3 для дистилляции при соответственно уменьшающемся давлении P1, P2 и P3, при этом каждая колонна связана с теплообменником E0, E1, E2 и E3, при этом указанный теплообменник выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны, отличающийся тем, что:

- a) теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- b) теплообменник E2 является конденсатором колонны V1;
- c) источник теплового потока, поступающего на E1, является внешним по отношению к указанному аппарату;
- d) $P3 < 2$ бар и.д.,

а также установка дистилляции метанола, содержащая, по меньшей мере, один аппарат по настоящему изобретению, отличающаяся тем, что количество пара, необходимое для E1, составляет менее 1,3 кг/кг получаемого метанола, а также указанный аппарат может быть использован для дистилляции метанола.

Способ по настоящему изобретению предпочтительно включает, по меньшей мере, 4 колонны, V0, V1, V2 и V3, при этом может включать и большее количество концентрационных колонн, от V1 до Vn, работающих при пониженному давлению, предпочтительно соединенных последовательно.

Все упомянутые концентрационные колонны работают таким образом, что часть дистиллированного продукта C1, C2, C3 и так далее получают в верхней секции каждой из концентрационных колонн, а оставшуюся жидкость B0, B1, B2, B3 и так далее, подают на другую(-ие) колонну(-ы) вплоть до последней концентрационной колонны, т.е. в предпочтительном варианте осуществления настоящего изобретения такой колонной является V3, в верхней секции которой получают конечную фракцию продукта C3, поток B3, состоящий преимущественно из воды, получают в нижней секции, а смесь, часто именуемую сивушным маслом,

получают из бокового погона Н последней концентрационные колонны, который обычно выводят в секции между питающей тарелкой и нижней секцией колонны.

Теплообмен предпочтительно происходит в конденсаторе/ребойлере E0, E1, E2 и E3. Указанный теплообменник может представлять собой кожухотрубный или пластинчатый теплообменник, в котором дистиллированный метанол конденсируют на горячей стороне, а раствор испаряется на холодной.

Предпочтительно, чтобы давление в конденсаторах на этапе стабилизации и в концентрационной колонне низкого давления немного превышало атмосферное, например, 0,1-0,5 бар, что обычно дает давление в ребойлере на этапе стабилизации на уровне 0,5-1,5 бар, а давление в конденсаторе концентрационной колонны, от которой поступает тепло, не менее 2 бар. Соответственно, давление в ребойлере колонны, от которой поступает тепло, составляет 2 - 8 бар; более предпочтительно около 7 бар.

Некоторыми вариантами осуществления изобретения предусматривается несколько концентрационных колонн и несколько уровней давления, при этом колонну со вторым наиболее низким уровнем давления во всех случаях используют для подачи тепла на этапе стабилизации.

Описанные этапы предварительной обработки (стабилизации) и концентрирования могут выполняться параллельно с использованием одной или более колонн.

Последняя концентрационная колонна V3 позволяет получать дистиллированный метанол С3, раствор В3, состоящий в основном из воды, а также боковой погон Н, представленный так называемым сивушным маслом. Боковые погоны сивушного масла также, при необходимости, можно получать на промежуточных этапах дистилляции.

Относительная испаряемость метанола и этанола является наиболее высокой при низком давлении, соответственно целесообразно выполнять разделение при как можно более низком давлении.

Каждый раз, когда в колонну 1 поступает тепло от другой колонны 2, уровень температуры в колонне 1 увеличивается, соответственно, давление в колонне 2 также должно быть выше, чем в колонне 1. Это необходимо для обеспечения работы теплообменников, которые выступают в качестве

конденсатора для более теплой колонны и ребойлера для более холодной колонны. Такая разница температур предпочтительно должна составлять 4 - 10°C. Более того, значение температуры внешнего источника тепла (обычно пара) предпочтительно должно быть на 4 - 10°C выше температуры в нижней секции колонны с самым высоким значением температуры. В некоторых документах предшествующего уровня техники показано расположение всех концентрационных колонн над стабилизирующей колонной, что в итоге дает более высокую потребность в температуре внешнего источника тепла по сравнению с настоящим изобретением, при котором последняя концентрационная колонна работает при аналогичном давлении и, следовательно, по существу при той же температуре, что и стабилизирующая колонна.

Краткое описание чертежей

На фиг. 1 представлен предпочтительный вариант осуществления способа дистилляции метанола по настоящему изобретению, при котором три концентрационные колонны V1, V2 и V3 с пониженным давлением $P1 > P2 > P3$ соединены со стабилизирующей колонной V0 при давлении P0, в котором:

- a. A: Подача метанола-сырца
- b. V0: Стабилизирующая колонна при давлении P0
- c. V1, V2, V3: Концентрационные колонны при давлении $P1 > P2 > P3$
- d. B0: Поток жидкости, содержащий метанол, извлеченный из нижней секции стабилизационной колонны V0,
- e. B1, B2, B3: Потоки жидких сред, содержащие метанол, полученные в нижней секции концентрационных колонн V1, V2, V3,
- f. C1, C2, C3: Товарный жидкий дистиллированный метанол
- g. E0, E1, E2, E3: Теплообменники,
- h. T0: Газообразный поток, извлеченный из верхней секции стабилизационной колонны V0
- i. T1, T2, T3: Потоки газа, извлеченные из верхней секции концентрационных колонн V1, V2, V3
- j. L: Легкий газообразный поток из V0,
- k. H: Боковой погон из V3,
- l. S: Разделение потоков.

Определения

«Атмосферное давление» означает 1,01325 бар, т.е. приблизительно 1 бар.

«Концентрационная колонна» или «дистилляционная колонна», или «нижняя колонна», V_n , где $n \neq 0$ (например, V_1 , V_2 или V_3), означает колонну, разделенную на ряд ступеней. Они соответствуют каскаду равновесных ступеней. Жидкость поступает вниз по колонне от ступени к ступени и взаимодействует с поднимающимся вверх паром. Традиционно большинство колонн состоят из комплекта отдельных «поддонов» или «тарелок», поэтому эти термины в конечном итоге являются взаимозаменяемыми со «ступенями». Каждая тарелка в составе дистилляционной колонны предназначена для обеспечения взаимодействия между паром и жидкостью в рамках ступени. Дистилляция может проводиться в колонне насадочного типа (точно так же, как абсорбцию можно проводить в тарельчатой колонне). Нумерация ступеней может идти сверху вниз или снизу вверх. Поток, извлеченный из верхней секции колонны, именуется головным продуктом перегонки T , «верхним погоном», «верхним продуктом». В зависимости от типа используемого конденсатора дистиллят C может быть жидким или газообразным (иногда и тем, и другим). В тексте настоящего документа скорость потока дистиллята обозначена C , а продукт, извлеченный из нижней секции колонны, именуется нижним погоном и обозначен символом B . В некоторых случаях один или более продуктов бокового погона H могут быть удалены из колонны. Часть колонны над питающей тарелкой называется секцией ректификации. В данной секции обогащение пара происходит в результате взаимодействия с возвратным потоком. Часть колонны под питающей тарелкой называется отпарной секцией. Жидкая часть сырья в данной секции используют в качестве обратного потока. Рабочее давление колонны P_n (такой как P_1 , P_2 и P_3) обычно изменяется путем регулировки отвода тепла в теплообменнике. Основание колонны обычно используют в качестве резервуара для жидкости, выходящей из нижней тарелки. Теплообменник, например, ребойлер, используют для кипячения данной жидкости. Полученный пар, образующийся в кипятильнике, возвращают в нижнюю секцию колонны.

«Конденсатор» необходим для обеспечения охлаждающей нагрузки для конденсации потока, полученного из верхней секции концентрационные колонны, который представляет собой газ или пар. Конденсированный пар частично

возвращают обратно в верхнюю часть колонны для повышения четкости разделения, при этом чем выше коэффициент опрокидывания потока, тем эффективнее разделение. Конденсатор может быть конденсатором полной или частичной конденсации. В случае с конденсатором полной конденсации весь верхний пар конденсируют в жидкость, в то время как в конденсаторе частичной конденсации конденсируют только часть пара, а жидкость возвращают обратно в колонну, при этом неконденсированный пар отводят для дальнейшей обработки. В этом случае конденсатор частичной конденсации можно рассматривать как дополнительную ступень разделения VLE, в то время как в конденсаторе полной конденсации верхний продукт колонны имеет тот же состав, что и обратный поток.

«Метанол-сырец», А, означает раствор, содержащий метанол, как правило, от 65 до 95% метанола, воду и другие компоненты. Метанол-сырец А содержит низкокипящие и высококипящие компоненты (легкие и тяжелые фракции). Легкие фракции L в основном включают в себя растворенные газы (например, CO₂), диметиловый эфир, метилформиат и ацетон. Тяжелые фракции H включают в себя высшие спирты, углеводороды с длинной цепью, высшие кетоны, а также сложные эфиры низших спиртов с муравьиной, уксусной и пропионовой кислотами.

«Дистилляция», «фракционная дистилляция» или «фракционирование» означает процесс разделения жидких смесей на два или более парообразных или жидких продукта с различным составом. Дистилляция представляет собой операцию стадии равновесия. На каждой стадии паровая фаза взаимодействует с жидкой фазой, а масса переходит из пара в жидкость и из жидкости в пар. Менее летучие, «тяжелые» или «высокикипящие» компоненты концентрируются в жидкой фазе, а более летучие, «легкие» компоненты концентрируются в парообразной фазе. Разделение выполняется с использованием нескольких последовательных стадий с рециркуляцией. Сырье для дистилляционной колонны может представлять собой жидкость, пар или парожидкостную смесь. Оно может поступать через любую точку колонны. В систему может подаваться более одного потока, и может быть предусмотрен выход более одного продукта. Пары, выходящие из верхней секции колонны, такие как T0, T1, T2 и T3, проходят через теплообменник, где происходит их полная или частичная конденсация. Полученная жидкость на время подают в «накопитель» или сборник орошающей фракции.

Поток жидкости отводят из сборника и возвращают на верхнюю тарелку колонны в качестве обратного потока, что позволяет повысить эффективность разделения.

«Равновесная стадия» или теоретическая тарелка в случае с многочисленными процессами разделения, такими как дистилляция, означает гипотетическую зону или стадию, в рамках которой две фазы, такие как жидкая и парообразная фазы вещества, приходят в равновесие друг с другом. Такие равновесные стадии также именуются идеальной стадией или теоретической тарелкой. Производительность многих процессов разделения зависит от наличия ряда равновесных стадий и повышается за счет обеспечения большего количества таких стадий. Другими словами, наличие большего количества равновесных стадий повышает эффективность процесса разделения.

«Сырье» или «сырье колонны» применительно к дистилляционной колонне может представлять собой жидкость, пар или парожидкостную смесь. Оно может поступать через любую точку колонны, хотя при этом целесообразно установить и предусмотреть оптимальное расположение питающей тарелки. В систему может подаваться более одного потока, и может быть предусмотрен выход более одного продукта. Тепловой режим сырья определяет потоки внутри колонны. Если температура сырья ниже точки кипения, необходимо тепло, чтобы увеличить ее до значения, при котором сырье может испаряться. Указанное тепло должно быть получено путем конденсации паров, поднимающихся по колонне, соответственно, поток жидкости, движущийся вниз по колонне, увеличивается на весь объем сырья плюс конденсированный материал, а поток пара вверх уменьшается.

«Газообразный поток», такой как T0, T1, T2 или T3, извлеченный из верхней секции стабилизационной колонны V0 и концентрационных колонн, таких как V1, V2 или V3, представляет собой поток, полученный в результате способа дистилляции из верхней секции указанных колонн. Такой поток преимущественно состоит из метанола с постепенно снижающимся содержанием примесей до тех пор, пока газообразный поток, такой как T3, полученный в последней концентрационной колонне, такой как V3, не будет иметь очень низкое содержание примесей. Требование заключается в том, чтобы потоки смешанных продуктов C1 + C2 + C3 соответствовали требуемой спецификации продукта (например, сорта AA).

«Тепловая нагрузка» или «нагрузка» означает количество тепла, необходимое для перехода с горячей стороны на холодную в единицу времени. Уравнение для расчета тепловой нагрузки обычно записывается двумя способами: а) уравнение для переноса контактного тепла, что означает, что жидкость не подвергается фазовому переходу; б) уравнение для передачи скрытой теплоты, что означает, что жидкость подвергается фазовому переходу, т.е. конденсируют.

«Теплообменник» означает систему, используемую для передачи тепла между двумя или более жидкостями. Теплообменники используются и в процессах охлаждения, и в процессах нагревания. Жидкости могут разделяться сплошной стенкой, что позволяет предотвратить их смешивание, либо находиться в непосредственном контакте. В частности, «теплообменник» означает ребойлер/конденсатор, т.е. E0, E1, E2 и E3, такой как кожухотрубный теплообменник, например, с испарением раствора в межтрубном пространстве и конденсацией дистиллята в трубном пространстве (или наоборот). Также возможно использование пластинчатого теплообменника с теплообменными пластинами, размещенными внутри корпуса.

«Частичный ребойлер» означает ребойлер, в котором испаряется только часть жидкости в основании колонны. Образовавшийся пар возвращается в колонну, а поток жидкости удаляется в качестве продукта или сырья в другую колонну. Составы указанных трех потоков различаются. Частичные ребойлеры также позволяют обеспечить идеальную стадию разделения. Могут быть использованы ребойлеры бокового погона, которые отбирают жидкость с тарелки, нагревают ее, после чего возвращают газожидкостную смесь в те же или аналогичные тарелки.

«Тяжелые побочные продукты» или «боковые погоны», H, означают поток, содержащий высшие спирты и другие второстепенные побочные продукты, извлеченные из последней концентрационной колонны, которые обычно выводятся между питающей тарелкой и нижней секцией колонны. Они также известны под названием «сивушное масло», и в их состав входит вода, остаточный метанол (порядка 1% от общего количества) и большинство побочных продуктов реакции синтеза. Указанное сивушное масло имеет определенную теплотворную способность и обычно используют в качестве топлива или сырья в секции

получения синтез-газа. Боковые погоны сивушного масла также, при необходимости, можно получать на промежуточных этапах дистилляции.

«Промежуточные продукты» означают потоки пара и жидкости, проходящие между колоннами и выходящими из них в способе многоколонной дистилляции, за исключением потока сырья А, потоков продуктов С1, С2, С3, L, Н и В3.

«Легкие побочные продукты», «легкие газы» или «легкие фракции», L, означают газообразный поток, получаемый в стабилизационной колонне V0, предпочтительно в верхней секции V0, и включают в себя главным образом растворенные газы (например, CO₂), диметилловый эфир, метилформиат и ацетон.

«Поток жидкости, содержащий метанол», такой как В0, В1, В2 или В3, означает поток, получаемый в нижней секции стабилизационной колонны V0 и концентрационных колонн, таких как V1, V2 и V3. По мере выполнения дистилляции в составе данного потока постепенно снижается количество метанола, а количество воды увеличивается до тех пор, пока последний поток, такой как В3, извлеченный из последней концентрационной колонны, такой как V3, не будет содержать преимущественно воду и только остаточные количества метанола, предпочтительно менее 50 ч./млн.

«Нижний поток» или «кубовой поток» означает поток, получаемый в нижней секции колонны, такой как V0, V1, V2 и V3.

«Давление», Р, означает манометрическое давление и измеряется в барах (избыточного давления). Манометрическое давление – это давление относительно атмосферного давления, которое является положительным для значений давления выше атмосферного и отрицательным для значений ниже его. Разница между барами и барами (и.д.) представляет собой учитываемую эталонную разницу. Давление во всех случаях измеряется относительно эталона и соответствует показаниям прибора для измерения давления. Если в качестве эталона при измерении давления принят вакуум, в качестве результат получают абсолютное давление, которое измеряется исключительно в барах. Если в качестве эталона принято атмосферное давление, то давление указывается в барах (и.д.)

«Продукт», такой как C1, C2 или C3, представляет собой жидкий дистиллированный метанол, полученный в концентрационных колоннах, таких как V1, V2 и V3.

«Ребойлер» означает теплообменник, который обычно используют для нагрева нижней секции промышленных дистилляционных колонн. Ребойлеры используют для кипячения жидкости с низа дистилляционной колонны для получения паров, которые возвращаются в колонну, такую как V0, V1, V2 и V3, и способствуют дистилляционному разделению. Тепло, поступающее в колонну от ребойлера в нижней секции колонны, отводится конденсатором в верхней секции колонны. Большинство котлов оборудованы кожухотрубным теплообменником, и в качестве источника тепла в таких котлах обычно используют пар. Тем не менее, могут использоваться и другие теплоносители, такие как горячий синтез-газ, масло или смесь Dowtherm (TM). В некоторых случаях в качестве котлов также могут использоваться топливные печи.

«Разделение потоков», S, означает разделение, по меньшей мере, одного исходного потока (жидкого или газообразного) на два отдельных (жидких или газообразных) потока или подпотока. В контексте настоящего изобретения S обозначает место, где газообразный поток T2, получаемый в верхней секции V2, разделяют на два производных потока или подпотока, один поток или подпоток конденсируют в теплообменнике E0, обеспечивая энергией V0, а другой поток или подпоток конденсируются в теплообменнике E3, и обеспечивает энергией концентрационную колонну V3.

«Стабилизирующая колонна», отбензинивающая колонна или колонна предварительного прогона, V0, предназначена для отделения более летучих компонентов от более тяжелых компонентов, содержащихся в сыром продукте, таком как метанол-сырец.

«Летучие компоненты» или «летучие вещества» означают компоненты или вещества, которые легко испаряются при низких температурах. Параметр летучести также может использоваться для того, чтобы охарактеризовать способность пара конденсироваться в жидкость или твердое вещество – менее летучие вещества легче конденсируются из пара, чем вещества с высокой летучестью. *Давление паров* – показатель, позволяющий определить, насколько легко конденсированная фаза образует пар при данной температуре. Вещество,

помещенное в герметичный сосуд, изначально находящийся в вакууме (без воздуха внутри), быстро заполняет своими парами любое пустое пространство. После того, как система достигла равновесия и пары больше не образуются, можно измерить давление паров. При повышении температуры увеличивается количество образующихся паров и, соответственно, возрастает давление паров. В случае со смесью каждое вещество способствует увеличению общего давления паров смеси, при этом более летучие соединения в данном смысле более активны. Точка кипения представляет собой температуру, при которой давление паров жидкости равно давлению окружающей среды, в результате чего жидкость быстро испаряется или кипит. Она тесно связана с давлением паров, но при этом зависит от давления. Нормальная точка кипения представляет собой точку кипения при атмосферном давлении, однако также может указываться при более высоких и низком давлении.

«Верхний поток» означает поток, получаемый в верхней секции колонны, такой как V0, V1, V2 и V3.

Предпочтительные варианты осуществления изобретения

- (1) способ дистилляции метанола, включающий:
 - (i) предварительную обработку потока А метанола-сырца в стабилизационной колонне V0 при давлении P0 для отделения летучих компонентов, с получением потока легких газов L из верхней секции V0 и потока жидкости B0, содержащего метанол из нижней секции V0,
 - (ii) B0 затем подают в концентрационную колонну V1 при давлении P1,
 - (iii) газообразный поток T1, извлеченный из верхней секции V1, конденсируют в теплообменнике E2, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V2,
 - (iv) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (iii), направляют в продукт C1, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V1 и используют в качестве возвратного потока,
 - (v) поток жидкости B1, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V1 и подают далее на V2 при давлении P2,
 - (vi) газообразный поток T2, извлеченный из верхней секции V2, разделяют (S) на два отдельных потока, один поток конденсируют в теплообменнике E0, обеспечивая подачу энергии к V0, а другой поток

конденсируют в теплообменнике E3, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V3,

- (vii) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (vi), направляют в продукт, C2, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V2 и используют в качестве возвратного потока,
- (viii) поток жидкости B2, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V2 и подают далее на V3 при давлении P3,
- (ix) газообразный поток T3, полученный из верхней секции V3, конденсируют, при этом часть конденсированного метанола направляют в продукт, C3, а оставшуюся часть добавляют в верхнюю секцию V3 и используют в качестве возвратного потока,
- (x) один или более боковых погонов H, содержащих высшие спирты и другие второстепенные побочные продукты, выводят из V3, и поток жидкости B3 выводят из V3,

причем:

- колонны V1, V2 и V3 работают при пониженных давлениях, вследствие чего $P1 > P2 > P3$,
- $P0 > 0$ бар и.д. и $P3 > 0$ бар и.д.,
- каждая из колонн V0, V1, V2 и V3 связана соответственно с теплообменником E0, E1, E2 и E3, который выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны,
- теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- теплообменник E2 является конденсатором колонны V1.

и причем:

- $P3 < 2$ бар и.д.; и
- теплообменник E1 получает энергию от внешнего источника.

(2) Способ по варианту осуществления 1, отличающийся тем, что температура в самой холодной части V2 выше температуры в самой теплой части V3 и V0, а температура в самой холодной части V1 выше, чем температура в самой теплой части V2.

(3) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что температура в самой холодной части V2 предпочтительно на 4°C выше

температуры в самой теплой части V3 и V0, а температура в самой холодной части V1 предпочтительно на 4°C выше температуры в самой теплой части V2.

(4) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что разница между P1 и P0 больше или равна 7,7 бар.

(5) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что P1 выше 9,7 бар (и.д.), и P2 находится в диапазоне 6,9 - 13 бар (и.д.).

(6) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что P1 предпочтительно составляет 17 бар (и.д.), P2 предпочтительно составляет 9 бар (и.д.), и P3 предпочтительно составляет 0,98 бар (и.д.).

(7) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что тепловая нагрузка E0, по меньшей мере, на 30% меньше, чем нагрузка E1.

(8) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что V3 включает воду, удаленную из циркулирующих потоков и извлекаемую из нижней секции V3.

(9) Способ по предыдущим вариантам осуществления, отличающийся тем, что дистиллируемое сырье представляет собой этанол или другой соответствующий продукт.

(10) Аппарат для дистилляции метанола, содержащий стабилизирующую колонну V0, работающую при давлении P0, последовательно соединенную, по меньшей мере, с 3 колоннами V1, V2 и V3 для дистилляции при соответственно уменьшающемся давлении P1, P2 и P3, при этом каждая колонна связана с теплообменником E0, E1, E2 и E3, при этом указанный теплообменник выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны,

причем:

- a) теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- b) теплообменник E2 является конденсатором колонны V1;
- c) источник теплового потока, поступающего на E1, является внешним по отношению к указанному аппарату;
- d) $P3 < 2$ бар и.д.

(11) Аппарат по варианту осуществления 10, отличающийся тем, что в качестве внешнего потока тепла к E1 выступает пар или синтез-газ, содержащий физическое тепло.

(12) Аппарат по вариантам осуществления 10 и 11, отличающийся тем, что дистиллируемое сырье представляет собой этанол или другой соответствующий продукт.

(13) Установка для дистилляции метанола по вариантам осуществления 1 - 9, содержащая, по меньшей мере, один аппарат по вариантам осуществления 10 - 11, отличающаяся тем, что количество пара, необходимое для E1, составляет менее 1,3 кг/кг получаемого метанола.

(14) Применение аппарата по вариантам осуществления 10 - 11 в составе установки по варианту осуществления 13 для дистилляции метанола по вариантам осуществления 1 - 9.

(15) Применение способа, аппарата и установки в соответствии с вариантами осуществления 1 - 13, включающими в себя N концентрационных колонн V1, V2, V3 до Vn, с понижением давления $P1 > P2 > P3$ до Pn, подключенных к стабилизирующей колонне V0 при давлении P0, причем:

A: Подача метанола-сырца;

B0 – Bn: Потоки жидкости, содержащие метанол, извлеченные из нижней секции колонн V0 – Vn;

C1 – Cn: Продукт, такой как жидкий дистиллированный метанол;

E0 – En: Энергетические потоки, в частности теплообменники;

T0 – Tn: Газообразные потоки, извлеченные из верхней секции колонн V0 – Vn;

L: Легкий газообразный поток из стабилизирующей колонны;

H: Тяжелый боковой погон, извлеченный из последней концентрационной колонны Vn;

S: Разделение потока Tn-1 на два отдельных потока, один поток конденсируют в теплообменнике E0, обеспечивая подачу энергии к V0, а другой поток конденсируют в теплообменнике En, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне Vn,

V0: Стабилизирующая колонна;

V1 – Vn: Концентрационные колонны,

Причем

- колонны V_1 , V_2 и до V_n работают при пониженных давлениях, вследствие чего $P_1 > P_2$ и до P_n ,
 - $P_0 > 0$ бар и.д., и $P_n > 0$ бар и.д.
 - каждая из колонн V_0 , V_1 , V_2 и до V_n связана соответственно с теплообменником E_0 , E_1 , E_2 и до E_n , который выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны,
 - теплообменники E_0 и E_n являются конденсаторами колонны V_{n-1} ;
 - теплообменник E_2 является конденсатором колонны V_1 ,
- и причем:
- $P_n < 2$ бар и.д.; и
 - теплообменник E_1 получает энергию от внешнего источника.

Формула изобретения

1. Способ дистилляции метанола, включающий:
 - (i) предварительную обработку потока А метанола-сырца в стабилизационной колонне V0 при давлении P0 для отделения летучих компонентов, с получением потока легких газов L из верхней секции V0 и жидкого потока B0, содержащего метанол из нижней секции V0,
 - (ii) B0 затем подают в концентрационную колонну V1 при давлении P1,
 - (iii) газообразный поток T1, извлеченный из верхней секции V1, конденсируют в теплообменнике E2, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V2,
 - (iv) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (iii), направляют в продукт C1, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V1 и используют в качестве возвратного потока,
 - (v) поток жидкости B1, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V1 и подают далее на V2 при давлении P2,
 - (vi) газообразный поток T2, извлеченный из верхней секции V2, разделяют (S) на два отдельных потока, один поток конденсируют в теплообменнике E0, обеспечивая подачу энергии к V0, а другой поток конденсируют в теплообменнике E3, обеспечивая подачу энергии к концентрационной колонне V3,
 - (vii) часть конденсированного метанола, полученного на этапе (vi), направляют в продукт, C2, а оставшуюся часть конденсированного метанола добавляют в верхнюю секцию V2 и используют в качестве возвратного потока,
 - (viii) поток жидкости B2, содержащий метанол, извлекают из нижней секции V2 и подают далее на V3 при давлении P3,
 - (ix) газообразный поток T3, полученный из верхней секции V3, конденсируют, при этом часть конденсированного метанола направляют в продукт, C3, а оставшуюся часть добавляют в верхнюю секцию V3 и используют в качестве возвратного потока,

- (х) один или более боковых погонов Н, содержащих высшие спирты и другие второстепенные побочные продукты, выводят из V3, и поток жидкости В3 выводят из V3,

причем:

- колонны V1, V2 и V3 работают при пониженных давлениях, вследствие чего $P1 > P2 > P3$,
- $P0 > 0$ бар и.д., и $P3 > 0$ бар и.д.,
- каждая из колонн V0, V1, V2 и V3 связана соответственно с теплообменником E0, E1, E2 и E3, который выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны,
- теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- теплообменник E2 является конденсатором колонны V1,

отличающийся тем, что

- $P3 < 2$ бар и.д.; и
- теплообменник E1 получает энергию от внешнего источника.

2. Способ по п. 1, **отличающийся тем**, что температура в самой холодной части V2 выше температуры в самой теплой части V3 и V0, а температура в самой холодной части V1 выше, чем температура в самой теплой части V2.

3. Способ по пп. 1 и 2, **отличающийся тем**, что температура в самой холодной части V2 предпочтительно на 4°C выше температуры в самой теплой части V3 и V0, а температура в самой холодной части V1 предпочтительно на 4°C выше температуры в самой теплой части V2.

4. Способ по предшествующим пунктам, отличающийся тем, что разница между P1 и P0 больше или равна 7,7 бар.

5. Способ по предшествующим пунктам, **отличающийся тем**, что P1 выше 9,7 бар (и.д.), и P2 находится в диапазоне 6,9 - 13 бар (и.д.).

6. Способ по предшествующим пунктам, **отличающийся тем**, что P1 предпочтительно составляет 17 бар (и.д.), P2 предпочтительно составляет 9 бар (и.д.), и P3 предпочтительно составляет 0,98 бар (и.д.).

7. Способ по предшествующим пунктам, **отличающийся тем**, что тепловая нагрузка E0, по меньшей мере, на 30 % меньше, чем нагрузка E1.

8. Способ по предшествующим пунктам, **отличающийся тем, что** В3 содержит воду, удаленную из циркулирующих потоков и извлекаемую из нижней секции V3.

9. Аппарат для дистилляции метанола, содержащий стабилизирующую колонну V0, работающую при давлении P0, последовательно соединенную, по меньшей мере, с 3 колоннами для дистилляции V1, V2 и V3 при соответственно уменьшающемся давлении P1, P2 и P3, при этом каждая колонна связана с теплообменником E0, E1, E2 и E3, при этом указанный теплообменник выступает в качестве ребойлера соответствующей колонны, **отличающийся тем**, что:

- a) теплообменники E0 и E3 являются конденсаторами колонны V2;
- b) теплообменник E2 является конденсатором колонны V1;
- c) источник теплового потока, поступающего на E1, является внешним по отношению к указанному аппарату;
- d) $P3 < 2$ бар и.д.

10. Аппарат по п. 9, **отличающийся тем**, что в качестве внешнего потока тепла к E1 выступает пар или синтез-газ, содержащий физическое тепло.

11. Установка для способа дистилляции метанола по пп. 1 - 8, содержащая, по меньшей мере, один аппарат по пп. 9 - 10, **отличающаяся тем**, что количество пара, необходимое для E1, составляет менее 1,3 кг/кг получаемого метанола.

12. Применение аппарата по пп. 9 - 10 в установке по п. 11 для способа дистилляции метанола по пп. 1 - 8.

Фиг. 1

