

A3

**DEMANDE
DE CERTIFICAT D'UTILITÉ**

②

N° 81 09098

-
- ⑤④ Procédé à faible consommation d'énergie pour la production d'éthanol déshydraté à partir de moûts fermentés de matières sucrées.
- ⑤① Classification internationale (Int. Cl. ³). C 12 F 1/00; C 12 P 7/06.
- ②② Date de dépôt..... 7 mai 1981.
- ③③ ③② ③① Priorité revendiquée :

- ④① Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 45 du 12-11-1981.

-
- ⑦① Déposant : Société anonyme dite : SPEICHIM, société pour l'équipement des industries chimiques, résidant en France.

- ⑦② Invention de : Pierre Raoul Gaussent.

- ⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

- ⑦④ Mandataire : Cabinet Armengaud Jeune, Casanova, Akerman, Lepeudry,
23, bd de Strasbourg, 75010 Paris.

Demande de certificat d'utilité résultant de la transformation de la demande de brevet déposée le 7 mai 1981 (art. 20 de la loi du 2 janvier 1968 modifiée et art. 42 du décret du 19 septembre 1979).

La présente invention concerne un procédé à faible consommation d'énergie pour la production d'éthanol déshydraté notamment à partir de moûts fermentés de matières sucrées.

5 L'alcool, et en particulier l'éthanol déshydraté, est de plus en plus utilisé comme carburant pour les moteurs à explosion soit en mélange avec de l'essence, soit sous forme d'un mélange ternaire avec de l'essence et du benzol. Certes, cette utilisation est connue depuis longtemps,
10 mais abandonnée du fait du bas prix du pétrole. Du fait des conditions économiques actuelles, plusieurs pays d'Europe et d'Amérique latine notamment ont redécouvert cette utilisation de l'alcool déshydraté : celui-ci est présent en proportion de 5 à 20% dans les carburants.

15 L'emploi de l'alcool déshydraté comme carburant ou comme composant d'un mélange carburant présente un certain nombre d'avantages, outre celui de limiter la sortie de devises pour les pays non producteurs de pétrole :

1) Du fait de sa propriété anti-détonnante,
20 l'alcool déshydraté permet d'éliminer en grande quantité le plomb dans les super-carburants, d'où une moindre pollution atmosphérique en ce métal;

2) La production d'alcool peut constituer un exutoire temporaire à beaucoup de problèmes posés par des
25 surplus agricoles.

Des procédés pour produire de l'alcool déshydraté sont connus. Ils comportent tous, en général, une première phase de distillation conduisant à l'obtention d'un alcool haut en degré et semi-épuré, une deuxième phase de
30 déshydratation azéotropique sous la pression atmosphérique en présence d'un entraîneur et une troisième phase pour régénérer l'entraîneur. L'entraîneur est généralement un hydrocarbure saturé, aromatique, naphthénique ou un mélange de ces corps. De préférence on utilise du benzène.

Ces procédés requièrent de l'énergie pour chauffer les colonnes dans lesquelles se déroulent ces différentes phases. Aussi afin d'économiser les sources nobles d'énergie telles que le pétrole, on utilise souvent comme
5 combustible les parties celluloses de certains produits agricoles.

Par exemple, lors de la production de l'éthanol déshydraté à partir de cannes à sucre, les bagasses, parties ligneuses des cannes à sucre, sont utilisées, comme
10 source d'énergie. Mais actuellement comme on cherche à valoriser au mieux les différents constituants de la biomasse, on préfère utiliser ces bagasses comme matière première pour élaborer d'autres produits tels que des panneaux agglomérés, du furfural ou même de l'éthanol après hydrolyse de la cellulose, et non comme un simple combustible.
15

Certes, il a déjà été proposé de tels procédés permettant d'économiser de l'énergie, par exemple dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique N° 4 217 178, en récupérant la chaleur latente des vapeurs alcooliques sortant
20 en tête de la colonne de distillation pour chauffer la colonne de déshydratation et celle de régénération. Néanmoins, il reste nécessaire d'apporter une quantité non-négligeable d'énergie à la colonne de distillation.

Aussi un des buts de la présente invention est-il de fournir un procédé qui permet d'augmenter la
25 récupération d'énergie par rapport aux procédés actuels. Un autre but de l'invention est de fournir un procédé de ce type qui peut s'intégrer dans les procédés existants.

Un but supplémentaire de cette invention
30 est de fournir un procédé qui est conduit à des températures et à des pressions pas trop élevées.

Un objet de l'invention est un procédé qui fait appel à une technique utilisant le principe des multiples effets en parallèle lors de la distillation.

35 Ces buts et cet objet, ainsi que d'autres

qui apparaîtront par la suite, sont atteints par le procédé selon la présente invention pour produire de l'éthanol déshydraté notamment à partir de moûts fermentés de matières sucrées, selon lequel on préchauffe ces moûts, on les divi-
5 se en autant de flux que de colonnes de distillation qui sont alimentées en parallèle, chacune d'elles fonctionnant à une pression différente des autres et l'ensemble desdites pres-
sions formant une suite croissante depuis la colonne fonctionnant sous la pression la plus basse à celle fonctionnant
10 sous la pression la plus élevée, et on récupère la chaleur latente des produits volatils issus en tête de chacune de ces colonnes de distillation pour chauffer la colonne fonctionnant à la pression immédiatement inférieure, seule la colonne de distillation sous la pression la plus élevée étant
15 chauffée par une source d'énergie extérieure.

Avantageusement, on recycle vers chacune de ces colonnes les condensats obtenus lors de la récupération de la chaleur contenue dans les produits volatils ci-dessus.

De préférence, on récupère la chaleur sensible des sous-produits aqueux issus de chaque colonne de
20 distillation pour chauffer le flux de moûts fermentés l'alimentant.

Avantageusement, on recycle en tête de chacune des colonnes de distillation au moins une partie des
25 condensats obtenus à partir des produits volatils.

De préférence, ce procédé comporte également les étapes suivantes :

- a) on récupère en outre de chacune des colonnes de distillation, de l'éthanol contenant de l'eau;
- 30 b) on réalise une séparation azéotropique de cet éthanol dans une colonne de déshydratation en présence d'un entraîneur, colonne chauffée au moins partiellement par la chaleur latente des produits volatils issus en tête des colonnes de distillation;
- 35 c) on récupère à l'issue de l'étape b), d'une part, de l'éthanol déshydraté, et, d'autre part, un mélange

composé de l'entraîneur, d'éthanol et d'eau;

d) on régénère cet entraîneur en introduisant celui recueilli à l'issue de l'étape c) dans une colonne de régénération.

5 Avantageusement, à l'issue de l'étape d) on recueille des vapeurs en tête de la colonne de régénération dont on récupère la chaleur pour chauffer partiellement la colonne de déshydratation.

10 La description qui va suivre et qui ne présente aucun caractère limitatif, doit être lue en regard de la figure annexée qui illustre schématiquement une installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

Ainsi qu'on peut le voir sur cette figure, on introduit des moûts fermentés 1 dans un chauffe-vin 2
15 où ils sont préchauffés. Les moûts fermentés peuvent provenir des sous-produits issus de la fabrication du sucre telles que les mélasses de sucrerie ou des moûts de betteraves et de cannes à sucre. Ces moûts peuvent également provenir de matières amylacées après saccharification comme les grains
20 (maïs, riz, blé), la pomme de terre, le topinambour, le manioc ou la patate douce, ainsi que de matières cellulosiques hydrolysées. Tous ces moûts peuvent être utilisés pour la production d'éthanol déshydraté selon le procédé de la présente invention.

25 A la sortie du chauffe-vin 2, les moûts sont séparés en deux flux : le premier 3 et le second 4.

Le premier flux 3 des moûts préchauffés est introduit en tête du tronçon 5a d'une colonne de distillation sous vide 5, tandis que le second flux 4 est introduit en
30 tête du tronçon 6a d'une colonne de distillation sous pression 6. Il y a lieu de noter dès maintenant que les colonnes de distillation 5 et 6 sont alimentées en parallèle et ont la même fonction de fractionnement.

La colonne de distillation sous vide 5 fonctionne sous vide, c'est-à-dire sous une pression comprise entre $3 \cdot 10^4$ et $1 \cdot 10^5$ pascals et de préférence entre $4 \cdot 10^4$ et $7,5 \cdot 10^4$ pascals; par contre, la colonne de distillation

sous pression 6 fonctionne sous une pression comprise entre 2.10^5 et 3.10^5 pascals et de préférence entre $2,3.10^5$ et $2,7.10^5$ pascals.

5 Dans les tronçons 5a et 6a, les moûts sont
épuisés en alcool et on recueille à la base de ces tronçons
des sous-produits liquides ou vinasses 7 et 8 respective-
ment. Les vinasses 7 sont introduites dans un récupérateur
de chaleur 9 dans lequel circule le premier flux 3 de moûts
préchauffés et sont évacuées après avoir cédé une partie
10 de leurs calories à ce flux.

De même, les vinasses 8 sont introduites
dans un récupérateur de chaleur 10, et sont évacuées après
avoir cédé une partie de leurs calories au second flux 4.

Dans les tronçons 5b et 6b, l'alcool est
15 concentré jusqu'à titrer 96 % en volume.

Au sommet de la colonne de distillation sous
pression 6 on récupère des vapeurs d'alcool 11 qui sont
condensées, d'une part, dans un premier condenseur-bouilleur
12 situé auprès de la colonne de distillation sous vide
20 5 et, d'autre part, dans un second condenseur-bouilleur 13
situé auprès d'une colonne de déshydratation 14.

Dans les premier et second échangeurs-
bouilleurs 12 et 13, la chaleur latente des sous-produits
volatils 11 est cédée aux produits liquides se trouvant dans
25 la colonne soit de distillation sous vide 5 soit de déshydra-
tation 14. Les échangeurs-bouilleurs 12 et 13 peuvent être
indifféremment du type à thermo-siphon, à circulation forcée
ou de tout autre type.

30 Au sommet de la colonne de distillation sous
vide 5, on récupère de même des vapeurs d'alcool 15 qui
sont condensées dans un premier condenseur 16, grâce à une
circulation d'eau 41.

La chaleur récupérée dans le premier échan-
35 geur-bouilleur 12 assure le chauffage de la colonne de dis-
tillation sous vide 5, et celle récupérée dans le second

échangeur-bouilleur 13 partiellement celui de la colonne de déshydratation 14.

Bien évidemment, on peut utiliser plusieurs colonnes de distillation en parallèle, chacune fonctionnant à une pression différente des autres, l'ensemble de ces pressions constituant une suite croissante depuis la colonne fonctionnant sous-vide à celle fonctionnant à la pression la plus élevée. On récupère la chaleur sensible des produits volatils issus en tête de chacune des colonnes de distillation pour chauffer la colonne fonctionnant à la pression immédiatement inférieure, ainsi que partiellement la colonne de déshydratation.

Selon le procédé de la présente invention, il est donc réalisé un "double effet parallèle" lorsque l'installation comporte deux colonnes de distillation, (ou un "multiple effet parallèle", s'il en comporte plusieurs), lors de la phase de distillation, lequel est combiné avec un "double effet en série" (ou un "multiple effet en série") entre l'une des colonnes de distillation, celle sous pression en l'occurrence, et la colonne de déshydratation 14 : ceci entraîne une économie d'énergie non négligeable en récupérant une grande partie de la chaleur latente des vapeurs d'alcool.

Le condenseur 16 est relié de façon connue à une pompe à vide 42.

Les condensats 17 des premier et second condenseurs-bouilleurs 12 et 13 sont recyclés vers la colonne de distillation sous pression 6 dans laquelle ils sont introduits à reflux c'est-à-dire en tête du tronçon 6b.

De même, les condensats 18 issus du premier condenseur 16 sont recyclés vers la colonne de distillation sous vide 5 dans laquelle ils sont introduits à reflux c'est-à-dire en tête du tronçon 5b.

Sur les trajets des condensats 17 et 18, on peut placer des dispositifs, non représentés sur la figure, qui permettent l'extraction d'impuretés volatiles : ceci est schématisé par les trajets 19 et 20 consti-

tuants des purges sur les trajets des condensats 17 et 18 respectivement. Par ailleurs on peut prévoir des dispositifs également non représentés sur la figure, pour l'extraction d'alcools supérieurs.

5 Des colonnes de distillation 5 et 6 on récupère un alcool 22 à 96 % en volume qui est introduit dans la colonne de déshydratation 14. La déshydratation est effectuée par distillation azéotropique, l'entraîneur 23 étant généralement du benzène.

10 L'eau est entraînée sous forme d'un azéotrope ternaire 24 eau-alcool-benzène en tête de la colonne, tandis que l'alcool déshydraté 25 est récupéré au pied de celle-ci. Après refroidissement dans un second échangeur 26, l'alcool déshydraté est stocké.

15 Quant à l'azéotrope ternaire 24, il est introduit dans un séparateur 27 où l'on obtient, d'une part une couche légère riche en benzène qui, éventuellement additionnée de benzène pur 23 au moyen du réservoir d'appoint 28, constitue le reflux 29 de la colonne de déshydratation
20 14, et, d'autre part, une couche lourde riche en alcool hydraté 30. Cette séparation est obtenue à chaud.

Les vapeurs issues de la colonne de déshydratation 14 sont introduites avec l'azéotrope ternaire 24 dans le décanteur 27. Les vapeurs 31 issues du décanteur
25 sont condensées dans le chauffe-vin 2 où les moûts fermentés 1 sont ainsi pré-chauffés, puis dans un second condenseur 32, grâce à une circulation d'eau 43.

Les condensats 44 obtenus dans le chauffe-vin 2 et le second condenseur 32 sont recyclés vers le
30 décanteur 27.

L'alcool hydraté 30 est introduit dans une colonne de régénération 33 qui opère sous une pression comprise entre $1,5 \cdot 10^5$ et $2 \cdot 10^5$ pascals. En tête de cette colonne, on recueille, sous forme d'un mélange azéotropique,
35 un alcool 34 contenant tout le benzène contenu dans l'alcool

hydraté 30 et à sa base de l'eau épuisée 35 en produits volatils qui est rejetée.

Cet alcool 34 est recyclé après condensation dans un troisième condenseur-bouilleur 36, d'une part, selon un premier courant 37 vers la colonne de déshydratation 14, et, d'autre part, selon un second courant 38 vers la colonne de régénération 33 dans laquelle il est introduit à reflux.

On réalise ainsi un autre double effet entre les colonnes de déshydratation 14 et de régénération 33 permettant une économie supplémentaire de chauffage. D'ailleurs, on note que selon le procédé de la présente invention, seule la colonne de distillation 6 sous pression doit être chauffée par un apport d'énergie 39 extérieur, et qu'un apport d'énergie 40 doit être prévu pour la colonne de régénération 33.

Dans le cas où l'on travaille avec des débits importants, on utilise de préférence des colonnes équipées de plateaux à soupapes qui permettent à la fois de réduire les dimensions des appareils et d'améliorer les rendements sans augmenter les pressions opératoires, donc sans augmenter les températures de distillation. Ceci est important lorsque l'on utilise des matières organiques d'origine végétale. Selon le présent procédé, la température des produits mis en oeuvre ne dépasse, en aucun point, 130°C.

L'exemple suivant de réalisation permet à l'homme du métier de mieux comprendre les avantages de la présente invention.

EXEMPLE :

Dans une installation de capacité nominale 4.500 hl/j telle que décrite précédemment et représentée schématiquement sur la figure 1, on traite des moûts fermentés de cannes à sucre ou de topinambour titrant 6,5° GL en alcool.

On obtient ainsi de l'éthanol déshydraté titrant au moins 99,8 % en volume d'alcool et ayant une acidité inférieure à 3 g/hl d'alcool produit.

Le rendement en éthanol absolu est supérieur à 97% de l'éthanol potentiel introduit.

Au cours de ce traitement, on a du apporter 200 kg de vapeur par hectolitre d'éthanol déshydraté produit
5 par cette installation.

On remarque qu'une telle installation permet donc d'économiser environ 180 kg de vapeur d'eau par hectolitre d'éthanol déshydraté produit, ce qui représente une économie d'au moins 47% par rapport aux procédés classiques et de l'ordre de 26% par rapport au procédé décrit dans
10 la demande de brevet français publiée sous le N° 2 346 450.

Si le produit de départ est un moût à 8% en volume d'alcool il a été constaté que la consommation de vapeur n'est que de 170 kg par hectolitre d'alcool déshydraté produit.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé pour la production d'éthanol déshydraté notamment à partir de moûts fermentés de matières sucrées selon lequel on préchauffe lesdits moûts, caractérisé par le fait que lesdits moûts préchauffés sont divisés en autant de flux que de colonnes de distillation qui sont alimentées en parallèle, chacune d'elles fonctionnant sous une pression différente des autres et l'ensemble desdites pressions formant une suite croissante depuis la
5
10 colonne fonctionnant sous vide à celle fonctionnant sous la pression la plus élevée, et par le fait que l'on récupère la chaleur latente des produits volatils issus en tête de chacune desdites colonnes de distillation pour chauffer la colonne fonctionnant à la pression immédiatement inférieure,
15 seule la colonne de distillation sous la pression la plus élevée étant chauffée par une source d'énergie extérieure.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on récupère la chaleur sensible des sous-produits aqueux issus desdites colonnes de distillation
20 pour chauffer le flux de moûts fermentés les alimentant.

3.- Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait qu'il comprend les étapes suivantes :

- a) on récupère de chacune desdites colonnes de distillation, de l'éthanol contenant de l'eau;
- 25 b) on réalise une séparation azéotropique dudit éthanol dans une colonne de déshydratation en présence d'un entraîneur, colonne qui est chauffée au moins partiellement par la chaleur latente des produits volatils issus en tête desdites colonnes de distillation;
- 30 c) on récupère à l'issue de l'étape b) d'une part de l'éthanol déshydraté, et, d'autre part, ledit entraîneur chargé notamment en eau;
- d) on régénère ledit entraîneur en introduisant celui récupéré à l'issue de l'étape c) dans une
35 colonne de régénération.

4.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait qu'à l'issue de ladite étape d), on recueille des vapeurs en tête de ladite colonne de régénération dont on récupère la chaleur pour chauffer au moins partiellement ladite colonne de déshydratation.

5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que lesdites colonnes de distillation sont au nombre de deux.

6.- Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'une des colonnes fonctionne sous une pression comprise entre $2 \cdot 10^5$ et $3 \cdot 10^5$ pascals, et l'autre sous une pression comprise entre $3 \cdot 10^4$ et $1 \cdot 10^5$ pascals.

7.- Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'une des colonnes fonctionne sous une pression comprise entre $2,3 \cdot 10^5$ et $2,7 \cdot 10^5$ pascals et l'autre sous une pression comprise entre $4 \cdot 10^4$ et $7,5 \cdot 10^4$ pascals.

