

УДК 663.551

**ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩАЯ ТЕХНОЛОГИЯ РЕКТИФИКАЦИИ
ЭТИЛОВОГО СПИРТА**

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

Технический прогресс в спиртовой промышленности неразрывно связанный с разработкой и внедрением высокоэффективных колонных аппаратов и энергосберегающих способов массообмена в процессе брагоректификации. В условиях производства для разделения многокомпонентных смесей, как правило, применяют тарельчатые контактные устройства, с помощью которых происходит ступенчатый контакт фаз по высоте колонны. Тарелки ректификационных колонн изготавливают различной конструкции: с сливными устройствами (колпачковые, ситчатые, клапанные, однонаправленные), без сливных устройств или провальные (ситчатые, решетчатые, трубчатые, клапанные), инжекционные, насадочные, пленочные, распылительные, а также устройства с внешним подводом энергии. Коэффициент полезного действия (КПД) тарелок зависит от их конструкции, диаметра и свободного сечения колонны, ее загрузки, межтарелочного расстояния, скорости пара, физических свойств смеси, которая подлежит разделению. КПД определяют опытным путем. Для большинства тарелок его значение не превышает 0,4...0,6 [1]. Усилия исследователей направлены на усовершенствование конструкции устройств для обеспечения наиболее интенсивного контакта пара и жидкости, эффективность которого определяют по степени достижения фазового равновесия. За последние десятилетия разработано значительное количество новых контактных устройств, особенности которых еще недостаточно исследованы (например, клапанные тарелки EDV). Практически на реальных тарелках фазовое равновесие почти никогда не достигается. Одной из

весомых причин является незначительный промежуток времени пребывания контактирующих фаз на тарелке. Очевидно, существует предел, ниже которого время контакта жидкости и пара недостаточно для достижения фазового равновесия. Длительность циклов определяют экспериментально, поскольку время контакта фаз в каждом отдельном случае зависит от качественного состава потоков питания и конструктивных особенностей контактных устройств. Для обеспечения максимально возможного КПД самой простой по конструкции тарелки (например, ситчатой) необходимо создать условия, при которых происходит заданная во времени принудительная задержка жидкости на тарелке до полного насыщения пара легколетучими компонентами жидкости, а жидкости – труднолетучими компонентами пара. Использование технологии ректификации в режиме управляемых циклов задержки жидкости на тарелках и ее синхронного перелива по тарелкам колонных аппаратов позволяет приблизить эффективность каждой реальной тарелки до эффективности теоретической тарелки. При этом в значительной степени сокращается расход греющего пара на процесс ректификации, уменьшается металлоемкость колонных аппаратов.

Первые отечественные колонные аппараты с управляемыми циклами ректификации были разработаны сотрудниками Киевского технологического института пищевой промышленности [2,3,4]. Их действие позволяло обеспечить раздельное движение фаз по колонне, интенсифицировать процесс массообмена путем однократной смены жидкостной задержки на тарелках, повысить эффективность работы контактных устройств в период подачи пара и сократить его расход. Разработанная технология предусматривает периодическую подачу греющего пара и жидкости в колонный аппарат, перелив жидкости с тарелки на

тарелку через переходную емкость в период прекращения подачи пара. Колонные аппараты циклического действия отличались сложностью конструкции и не нашли широкого применения. Сотрудники ООО «Техинсервис-процесс» (Украина) продолжили исследовательские работы в данном направлении и разработали массообменные контактные устройства, действие которых зависит от давления греющего пара [5]. Их применение позволило разработать инновационную технологию ректификации в режиме управляемых циклов задержки жидкости на тарелках ректификационной колонны [6].

Производственные испытания предложенной технологии проводились в условиях ДП «Ковалевский спиртовой завод». Для исследований была изготовлена и смонтирована экспериментальная бражная колонна диаметром 325 мм. Колонна была оснащена 10-ю тарелками с вышеупомянутыми контактными элементами. Межтарелочное расстояние равнялось 600 мм; свободное сечение тарелки - 7 %. Греющий пар вводился в кубовую часть колонны периодически с задержками 3-4 с. Испытания проводились на зерновой бражке с концентрацией спирта 8,0 % об. Установлено, что ее перегонка в режиме управляемых циклов задержки и перелива бражки в полной степени обеспечивала извлечение этилового спирта и сопутствующих ему органических примесей при нормативных потерях спирта с бардой и удельном расчетном расходе греющего пара 24-26 кг/дал спирта. Нагрузка по бражке составляла 20-21 м³/м²*час. В процессе исследований были обнаружены недостатки, которые снижали эффективность межфазового контакта. К ним относятся: отсутствие массообмена в период перелива бражки с тарелки на тарелку, зависимость работы переливных устройства от давления пара, низкая удельная нагрузка колонны по бражке.

Дальнейшие исследования проводились с целью определения эффективности технологии управляемой ректификации в процессе разгонки головной фракции этилового спирта (ГФ). В схему брагоректификации ДП «Липницкий спиртовой завод» была включена разгонная колонна (РК), которая работала в режиме раздельного движения фаз. Колонна диаметром 400 мм была оборудована 15 тарелками: 9 в отгонной части и 6 в концентрационной. Расстояние между тарелками равнялось 500 мм. Нижние части контактных устройств были закреплены к промежуточным перегородкам, расположенных на расстоянии 250 мм от каждой тарелки, и служили переходными емкостями для перелива жидкости с тарелки на тарелку. Периодичность подачи пара и регулирование его расхода обеспечивались позиционным и аналоговым клапанами, установленными на трубопроводе подачи пара. ГФ подавали на 9-ю тарелку РК в количестве 10 % от спирта, поступающего с бражкой. Вода на гидроселекцию подавалась на 15-ю и 12-ю тарелки. Видимая концентрация этилового спирта в кубовой жидкости составляла 10 % об., в образовавшемся эстери-сивушном концентрате (КЭС) – 95 % об. Температура в паровом пространстве над верхней тарелкой равнялась 80°C, кубовой жидкости – 94°C. Давление в кубовой части колонны колебалось в пределах 10,8-11,8 кПа. Продолжительность одного рабочего цикла составляла 80 с.: время перелива жидкости 10 с., время задержки жидкости на тарелках 30 с. КЭС отбирали из конденсатора РК в количестве 0,5 % от количества спирта. Контроль технологических параметров осуществлялся с помощью приборов автоматики. Для исследования концентрации органических примесей в пробах ГФ, КЭС, кубовой водно-спиртовой жидкости РК и эпюрата, отбираемого из нижней части эпюрационной колонны, определения кратности их

концентрирования (β) проводили хроматографический анализ проб. Результаты анализа проб приведены в таблице 1.

Распределение групп органических примесей и кратность их концентрирования в процессе разгонки ГФ

Таблица 1

Название примеси	Концентрация примесей, мг/дм ³				Кратность концентрирования примесей (β)
	ГФ	КЭС	Кубовая жидкость	Эпюрат	
альдегиды	1200	6500	0,4	1,0	5,4
эстеры	6000	37000	3,0	8,0	6,2
метанол, % об.	0,13	0,4	0,004	0,008	3,1
сивушное масло	3300	300	500	30000	0,09

Из данных таблицы видно, что в процессе разгонки ГФ наибольшую кратность концентрирования имели головные примеси – эстеры и альдегиды. Метиловый спирт выделялся частично, большая часть высших спиртов сивушного масла не выделялась и возвращалась на повторный цикл брагоректификации, что приводило к их концентрированию в установке. Расход греющего пара не превышал 11-13 кг/дал а.а., введенного в колонну. В последние годы энергосберегающая технология ректификации была внедрена на Червонослободском, Залозецком и Косарском спиртовых заводах Украины с целью извлечения этилового спирта из побочных продуктов и спиртосодержащих полупродуктов брагоректификации. Ее использование позволило увеличить выход ректифицированного этилового спирта с 94...96 до 98...98,5 % от спирта,

введенного с бражкой, сократить расход пара на разделение многокомпонентной смеси на 40 %. Вместе с тем было установлено, что в процессе циклической экстрактивной ректификации не происходит эффективной очистки кубовой жидкости от промежуточных и концевых примесей спирта, получение товарной продукции высокого качества требует увеличения отбора КЭС до 1,0...1,1 %. Кроме того, зависимость работы переливных устройств от давления пара, наличие переходных емкостей и сравнительно большое межтарелочное расстояние ограничивают колонну по высоте и уменьшают ее пропускную способность по пару и жидкости. Периодический способ подачи греющего пара приводит к возникновению импульса запаздывания поднятия клапанов по высоте колонны, колебанию давления в общем коллекторе пара, что отрицательно влияет на работу основных колонн.

Целью дальнейших исследований было усовершенствование технологии ректификации, осуществляемой в режиме управляемых циклов задержки жидкости на тарелках и ее перелива по тарелкам при непрерывной подаче потоков питания и греющего пара в колонну, повышение эффективности межфазового контакта и пропускной способности колонны по жидкости и пару.

Для решения поставленной задачи нами была разработана технология ректификации, предусматривающая проведение управляемых циклов за счет дополнительно установленных подвижных клапанов, связанных с приводными механизмами, действие которых происходит за заданным алгоритмом в соответствии с программой контроллера и не зависит от режима подачи греющего пара и его давления [7]. Продолжительность циклов определяют экспериментально в зависимости от степени достижения фазового равновесия.

На рис. 1 продемонстрирован один из возможных вариантов осуществления предложенной технологии: а) – фрагмент ректификационной колонны в разрезе в период задержки жидкости на непарных по порядку расположения тарелках; б) – фрагмент колонны в разрезе в период синхронного перелива жидкости с непарных тарелок на ниже расположенные парные тарелки; в) – фрагмент колонны в разрезе в период синхронного перелива жидкости с парных тарелок на непарные.

Ректификационная колонна имеет корпус 1, парные по порядку расположения тарелки 2 и непарные тарелки 3. Тарелки снабжены барботажными элементами 10, которые обеспечивают массообмен между паром и жидкостью. Такими элементами могут служить, например, колпачки, клапаны или другие контактные устройства любой известной конструкции. В корпусе колонны расположены переливные устройства 4 и 5, основными составляющими которых являются подвижные элементы 6 и 7, связанные с соответствующими приводными механизмами 8 и 9. Приводные механизмы обеспечивают движение элементов 6 и 7 в соответствии с заданной программой контроллера таким образом, что перелив жидкости происходит синхронно по всей высоте колонны только с непарных или только с парных тарелок на ниже расположенные тарелки.

В начальный период работы колонны жидкость подают на верхнюю ее тарелку, а греющий пар в кубовую часть. Подвижные элементы 6 и 7 переливных устройств 4 и 5 находятся в положении, при котором перелив жидкости по тарелкам колонны отсутствует (рис. 1а). При этом на непарных тарелках 3 происходит заданная во времени задержка жидкости, позволяющая повысить эффективность межфазового контакта.

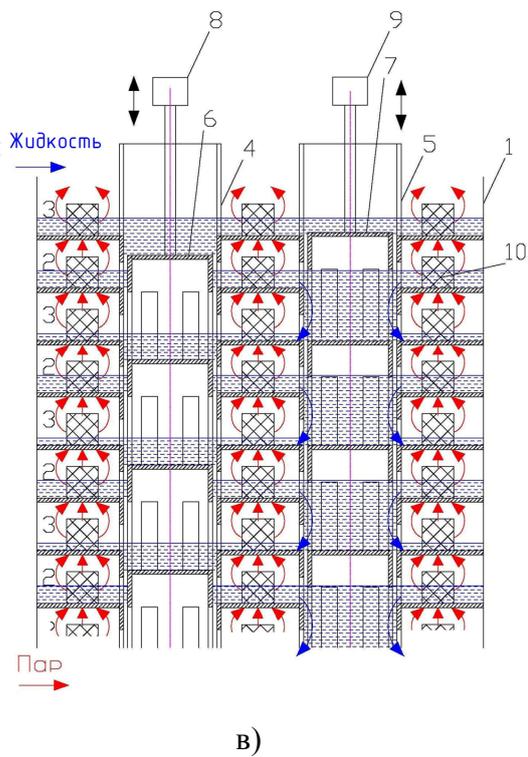
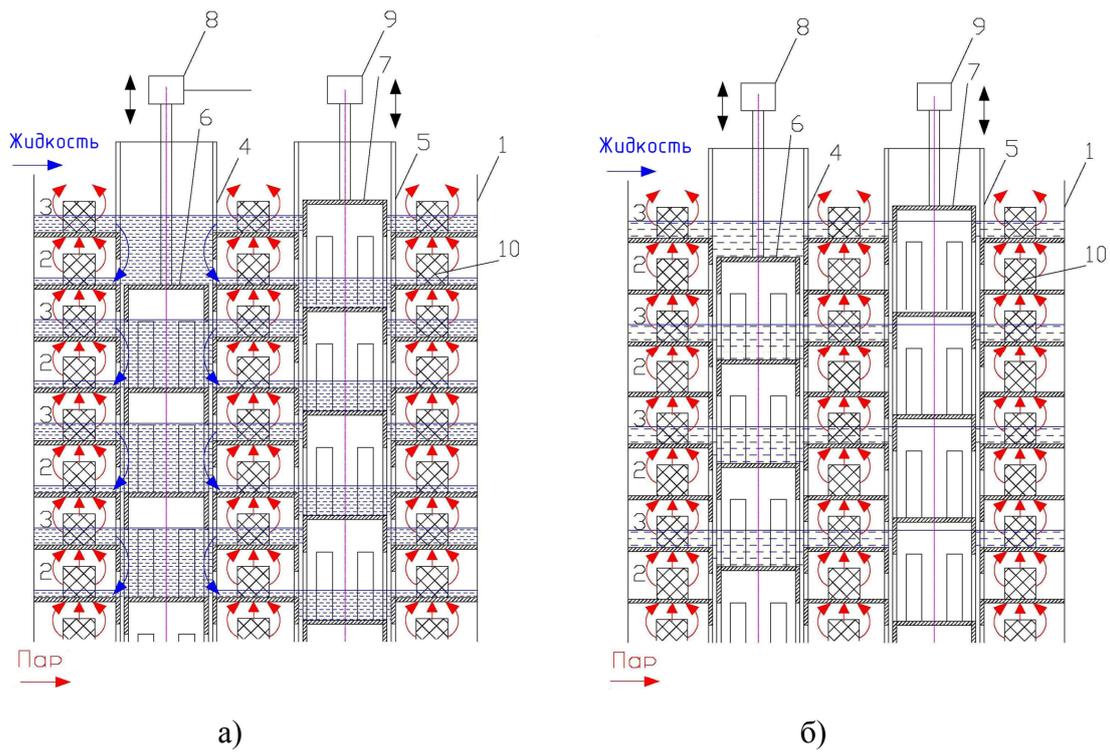


Рис. 1. Фрагмент ректификационной колонны в разрезе в период управляемых циклов задержки и перелива жидкости.

На первом этапе перелива благодаря действию приводного механизма 8 подвижные элементы 6 занимают положения, при которых жидкость переливается с непарных тарелок 3 на ниже расположенные парные тарелки 2 (рис. 1 б). После заданной во времени задержки жидкости на парных тарелках приводной механизм 8 возвращает подвижные элементы 6 в их исходные положения. На втором этапе перелива с помощью приводного механизма 9 подвижные элементы 7 занимают положения, при которых происходит перелив жидкости с каждой парной тарелки 2 на каждую ниже расположенную непарную тарелку 3 (рис. 1 в). Через заданный период времени пребывания жидкости на непарных тарелках колонны приводной механизм 9 возвращает подвижные элементы 7 в их исходные положения. Далее этапы повторяются поочередно. Время задержки и время перелива жидкости задаются оператором.

Переливные устройства могут быть различной конструкции, например, шиберные заслонки, конические клапаны и другие, используемые для регулирования потоков жидкости; главное – чтобы они обеспечивали перелив жидкости в соответствии с заданным алгоритмом.

ЛИТЕРАТУРА

1. Технологія спирту / В.О.Маринченко, В.А.Домарецький, П.Л.Шиян та ін. – Вінниця.: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.
2. А.с. № 185847 (СССР). Массообменный аппарат для процессов в режиме с контролируемыми циклами /А.В.Копыленко и В.М.Таран.- Оpubл. в Б.И., 1983, № 44.
3. А.с. № 1360753 (СССР). Теплообменный аппарат /А.В.Копыленко, В.М.Таран и В.А.Заднепрный. – Оpubл. в Б.И., 1988, № 20.

4. А.с. № 292342 (СССР). Теплообменный аппарат / А.В.Копыленко, В.М.Таран и В.А.Заднепряный. – Оpubл. в Б.И., 1987, № 47.
5. Малета В.Н., Щуцкий И.В., Дмитрук А.П., Черняховский И.Б. Патент RU на изобретение № 2237508 «Массообменное контактное устройство». – Оpubл. 10.10.2004, Бюл. №28.
6. Патент України 60565 А. Спосіб перетікання рідини на тарілках колонних масообмінних апаратів / Малета В.М., Щуцький І.В., Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б. - Оpubл. 15.10.2003, Бюл. № 10.
7. Дмитрук А.П., Черняховский И.Б., Дмитрук П.А., Булий Ю.В. Патент RU на изобретение № 2372965 «Способ перелива жидкости по тарелкам колонного аппарата в процессе массообмена между паром и жидкостью». – Оpubл. 20.11.2009, Бюл. № 32.

АННОТАЦИЯ

Предложен способ массообмена в системе жидкость-пар с контролирующими задержками жидкости на тарелках аппарата. Способ предусматривает принудительную работу переливных устройств за заданным алгоритмом независимо от режима подачи пара и его давления, исключает продольное перемешивание жидкости на смежных тарелках и новообразование примесей. Схематически продемонстрированный один из возможных вариантов его исполнения.

Ключевые слова: циклическая ректификация, переливные устройства, фазовое равновесие, тарелки, массообменный аппарат.

Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

**ЕНЕРГОЗБЕРІГАЮЧА ТЕХНОЛОГІЯ РЕКТИФІКАЦІЇ
ЕТИЛОВОГО СПИРТУ**

Запропонований спосіб масообміну в системі рідина-пара з контрольованими затримками рідини на тарілках апарата. Спосіб передбачає примусову роботу переливних пристроїв за заданим алгоритмом незалежно від режиму подачі пари і її тиску, виключає перемішування рідини на суміжних тарілках і новоутворення домішок. Схематично продемонстровано один із можливих варіантів його виконання.

Ключові слова: циклічна ректифікація, переливні пристрої, фазова рівновага, керувані цикли, тарілки, масообмінний апарат.

Y.V. Buliy, P.L. Shiyan, A.P. Dmitruk

**ENERGY-SAVING TECHNOLOGY OF RECTIFICATION
OF ETHYL ALCOHOL**

Proposed a method of mass-transfer in a liquid-vapor system with controlled delays fluid on the plate of the machine. The method provides for compulsory work flow devices for a specified algorithm, regardless of the mode of steam supply and pressure, excludes longitudinal mixing of the liquid at compatible plates and neoplasm of impurities. Schematically shown by one of the possible options for its implementation.

Key words: cyclic-rectification, delay of the liquid, compensation devices, phase equilibrium, plates, mass exchange machine.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Булий Ю.В. Энергосберегающая технология ректификации этилового спирта
[Текст] / Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук // Журнал «Производство спирта
и ликероводочных изделий». – 2012. - №3. – с.14-16.