

ИННОВАЦИОННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ СПИРТСОДЕРЖАЩИХ ОТХОДОВ БРАГОРЕКТИФИКАЦИИ

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

В процессе разгонки побочных продуктов и полупродуктов брагоректификации технология извлечения этилового спирта из фракций, обогащенных органическими примесями, не обеспечивает в полном объеме выделение вместе с головными промежуточных и концевых примесей, что отрицательно влияет на качество товарного спирта. Включение разгонной колонны (РК) в схему брагоректификационной установки (БРУ) требует дополнительного расхода греющего пара в среднем до 20 кг/дал абсолютного алкоголя (а.а.), введенного в колонну, и горячей умягченной воды для гидроселекции в количестве 11,7...20,5 кг/кг а.а. в зависимости от вида перерабатываемого сырья. Эффективность работы РК определяют по степени очистки кубового остатка от летучих примесей, которые образуются на всех технологических стадиях производства. Теоретические разработки Цыганкова П.С. и Шияна П.Л. доказывают, что степень разделения органических примесей и этилового спирта зависит от разницы значений их коэффициентов испарения. Для головных и промежуточных примесей эта разница принимает максимальные значения при низких концентрациях спирта в растворах, для концевых примесей наоборот - при высоких концентрациях этанола. Экспериментально доказано, что эффективное выделение головных примесей (эстеров и альдегидов) происходит в условиях глубокой гидроселекции при концентрации этилового спирта в кубовой жидкости 6...8 % об., для выделения промежуточных примесей (высших спиртов)

необходимо снизить концентрацию этилового спирта до 4...5 % об., для увеличения коэффициента испарения концевых примесей (метилового спирта) целесообразно осуществлять умеренную гидроселекцию, поддерживая концентрацию этанола на тарелках РК в пределах 60 % мол. [1]. Из этого следует, что в одной колонне невозможно создать оптимальные условия для одновременного эффективного выделения различных групп органических примесей. Вместе с тем опыт совместной переработки головных и сивушных фракций показал, что повышение эффективности разделения спиртосодержащей смеси возможно при увеличении количества контактных устройств в РК до 51...57 шт. и расхода греющего пара на 28,7 % (от 2,56 до 3,59 кг/кг а.а.).

В условиях растущих цен на энергоносители разработка инновационных ресурсо- и энергосберегающих технологий, позволяющих получать высококачественные продукты, является первоочередной задачей, актуальной для спиртовой промышленности.

Нами разработана технология управляемой ректификации, которая предусматривает задержку жидкости на тарелках и синхронный ее перелив с тарелки на тарелку по всей высоте РК согласно заданного алгоритма в соответствии с программой контроллера при непрерывной подаче в колонну питания и греющего пара. Перелив жидкости происходит в два последовательных этапа, повторяющихся периодически во времени поочередно: на первом этапе жидкость синхронно переливается с каждой непарной тарелки на каждую последующую парную по порядку расположения тарелку, на втором этапе - с каждой парной тарелки на каждую последующую непарную тарелку [2]. Такое решение позволяет повысить эффективность массообмена между жидкостью и

паром, увеличить КПД контактных устройств и сократить расход греющего пара на процесс на 40 % при стабильно высоком качестве готовой продукции. Продолжительность циклов зависит от степени извлечения (α) и кратности концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта.

Целью работы было исследование эффективности совместной разгонки головных, промежуточных и концевых примесей спирта при переработке побочных продуктов и полупродуктов брагоректификации в режиме управляемых циклов ректификации, определение степени извлечения и кратности концентрирования ключевых органических примесей спирта, удельного расхода греющего пара на процесс.

Исследования проводились в производственных условиях Чудновского филиала ДП «Житомирский ликеро-водочный завод». Аппаратурно-технологическая схема установки для извлечения этилового спирта представлена на рис.1. Схемой предусмотрен ввод в РК спиртосодержащих фракций из конденсаторов бражной (КБК), эспурационной (ЭК) колонн, конденсатора сепаратора CO_2 (КС CO_2), непастеризованного (НС) и сивушного спиртов (СС), подсивушной промывной воды (ППВ). Установка включала РК 8 с выносным кипятильником 4, верхняя и нижняя части которой соединены трубопроводами с вакуум-прерывателями 2, сборник умягченной горячей воды 1, расходомерные устройства 3 и 15, дефлегматор 11, конденсатор 12, промежуточные сборники ППВ 6 и кубовой водно-спиртовой жидкости (КВСЖ) 14, центробежные насосы 5, пластинчатые теплообменники 7, кожухотрубный теплообменник 13 и коллектор 16 для смешивания потоков.

РК диаметром 630 мм была оснащена 30 ситчатыми тарелками с отверстиями диаметром 2,4 мм. Живое сечение тарелки равнялось 3,3 %, расстояние между тарелками составляло 300 мм. Спиртосодержащие фракции самотеком поступали в коллектор 16, перемешивались, далее подогревались в пластинчатом теплообменнике 7 теплом кубовой жидкости и единым потоком поступали на 22-ю тарелку питания. В теплообменнике 7 температура кубовой жидкости снижалась до 93...94°C, ее дальнейшее охлаждение осуществлялось в кожухотрубном теплообменнике 13. Охлажденная до температуры 80...81°C кубовая жидкость центробежным насосом 5 подавалась в напорный сборник 14. Вода для гидроселекции (ГВ) самотеком поступала из сборника 1 на 30-ю (верхнюю) тарелку РК. Греющий пар (ГП) непрерывно подавался в кипятильник 4, конденсат пара (К) отводился в деаэратор. Для проведения управляемой ректификации РК была дополнительно оборудована подвижными переливными устройствами, связанными через тяги 9 с приводными механизмами 10 (пневмоцилиндрами). Работа устройств осуществлялась принудительно согласно заданному алгоритму и не зависела от режима подачи греющего пара и его давления. На подвижных тягах 9 были закреплены клапаны таким образом, что одни из них были расположены на парных, а другие на непарных тарелках. Клапаны поочередно закрывали и открывали переливные отверстия парных и непарных тарелок в зависимости от работы пневмоцилиндров. Управление клапанами и работой пневмоцилиндров, контроль технологических параметров (температуры, давления) осуществлялось с помощью автоматических датчиков, сигнал от которых передавался на микропроцессорный контроллер. Все конструктивные элементы РК были выполнены из нержавеющей пищевой стали марки 12х18н10т.

На тарелку пиания поступало $135 \text{ дм}^3/\text{час}$ а.а. через расходомерные устройства 3 и 15. Из них: головной фракции этилового спирта - 8,5 %, погонов из конденсатора бражной колонны – 9,4 %, конденсатора сепаратора CO_2 - 3,0 %, сивушного спирта - 1,5 %, непастеризованного спирта – 1,5 % от а.а. бражки. Время задержки жидкости на тарелках, задаваемое оператором, равнялось 15 с., время ее перелива – 4 с. Давление в кубовой части РК составляло 17,5 кПа, в верхней ее части 2...5 кПа; температура в кубе колонны равнялась $102\text{--}103^\circ\text{C}$, в парах над верхней тарелкой $90\text{--}91^\circ\text{C}$, воды на охлаждение (В) на входе в конденсатор 15°C , на выходе после дефлегматора - 65°C . Установка кипятильника 4 позволила увеличить расход воды для гидроселекции до $2300 \text{ дм}^3/\text{час}$, понизить концентрацию этилового спирта на верхних тарелках РК до 7 % об., в кубовой ее части до 5...6 % об. и увеличить коэффициент ректификации головных и промежуточных примесей. Подсивушная промывная вода подогревалась теплом лютерной воды (ЛВ) в пластинчатом теплообменнике 7 от $30\text{--}35$ до 90°C и с помощью центробежного насоса 5 подавалась на 25 и 30-ю тарелки РК. Отбор КЭС осуществляли из конденсатора РК через ротаметр 3 в количестве $0,23\text{--}0,27$ % от а.а. бражки. Для отбора опытных проб по высоте колонны были врезаны краны на 2, 6, 11, 17, 26-й тарелках. Каждую серию опытов проводили в трехкратной повторности. Определяющими выбирались средние значения. За критерий оптимизации процесса разгонки принимали степень извлечения (α) и кратность концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта. Результаты хроматографического анализа исследуемых проб и расчетные значения (α) и (β) приведены в таблице 1.

Распределение ключевых органических примесей спирта по высоте РК, степень их извлечения (α)
и кратность концентрирования (β)

Таблица 1

Название примеси	Концентрация, мг/дм ³									(α)	(β)
	Погоны питания	Куб РК	Номер тарелки					Флегма	КЭС		
			2	6	11	17	26				
этанол, видимая концентрация, % об.	82,0	5,4	10,0	13,0	13,0	13,0	7,0	65,0	68,0	16,4	0,8
ацетальдегид	605,0	-	-	2,6	3,3	5,3	16,7	12304,2	13591,2	∞	22,5
метилацетат	32,3	-	-	-	-	-	-	756,0	770,8	∞	23,9
этилацетат	509,4	-	-	4,7	8,3	18,6	следы	14448,9	15344,4	∞	30,1
изобутилацетат	14,6	-	-	-	-	9,1	47,5	122,9	137,2	∞	9,4
изоамилацетат	81,4	-	-	-	-	-	-	1573,2	1652,9	∞	20,3
изопропанол	2,0	-	-	-	1,1	4,4	12,5	47,7	42,2	∞	21,0
н-пропанол	10063,8	1080,3	1419,3	2331,1	4894,4	8035,3	6254,5	49045,5	53570,4	9,3	5,3
изобутанол	6851,2	6,5	7,6	47,9	347,5	1749,3	6718,3	218151,5	204757,3	1054,0	29,9
н-бутанол	36,1	-	5,4	8,6	23,4	23,9	28,7	422,4	379,9	∞	10,5
изоамиловый спирт	10354,8	7,1	8,0	156,7	731,9	1672,4	8531,7	211033,0	203311,7	1462,6	19,6
н-пентанол	следы	-	-	-	-	-	-	12,3	17,3	∞	-
акролеин	25,9	-	-	-	-	-	-	446,9	447,6	∞	17,3
котоновый альдегид	следы	-	-	-	-	-	-	121,8	136,7	∞	-
метанол, %об.	0,026	0,001	0,001	0,001	0,004	0,003	-	2,9	2,7	26,0	102,3
Группы:											
альдегиды	605,0	-	-	2,6	3,3	5,3	16,7	12304,2	13591,2	∞	22,5
эстеры	637,7	-	-	4,7	8,3	27,7	47,5	16901,1	17905,2	∞	28,1
сивушное масло	27307,9	1093,9	1440,2	2544,4	5998,2	11485,3	21545,6	478712,5	462078,9	25,0	16,9
метанол, % об.	0,026	0,001	0,001	0,001	0,004	0,003	0,005	2,89	2,7	26,0	102,3
нетиповые	25,9	-	-	-	-	-	-	446,9	447,6	∞	17,3

Анализ полученных результатов показал, что в процессе разгонки спиртосодержащих фракций в режиме управляемых циклов ректификации промежуточные и концевые примеси принимают характер головных. В полной степени выделялись альдегиды (ацетальдегид), эстеры (метилацетат, этилацетат, изобутилацетат, изоамилацетат) и нетиповые (акролеин, кротоновый альдегид), а также изопропиловый спирт и н-пентанол – примеси, которые в небольших количествах в значительной степени ухудшают органолептические показатели товарной продукции. Из эстеров самую высокую кратность концентрирования имел этилацетат, самую низкую – изобутилацетат. Применение глубокой гидроселекции позволило повысить степень извлечения промежуточных и концевых примесей. Из данных таблицы 1 видно, что максимальную кратность концентрирования имел метиловый спирт. Из высших спиртов наиболее эффективно концентрировался изобутиловый спирт, самые низкие значения (α) и (β) имел н-пропанол. Концентрация этилового спирта по тарелкам колонны не превышала 13 % об. При работе РК показатели ректифицированного этилового спирта соответствовали нормативным для спирта «Люкс», а показатели КЭС – требованиям технических условий [3,4].

Из опыта эксплуатации разгонных колонн известно, что кубовую жидкость возвращают на повторный цикл ректификации - на верхнюю тарелку бражной колонны [5]. Это связано с тем, что типовые колонные аппараты не обеспечивают в полной мере выделение из кубовой жидкости ключевых органических примесей, которые концентрируются в БРУ и впоследствии ухудшают качество ректифицированного этилового спирта. Поэтому установки, оборудованные типовыми РК, не всегда позволяют получить готовый продукт высокого качества.

Экспериментально доказано, что проведение разгонки спиртосодержащих фракций в режиме управляемых циклов ректификации позволяет получить кубовую жидкость, в полной мере очищенную от головных и нетиповых примесей, на 94...96 % освобожденную от высших спиртов и метилового спирта. Очищенный от примесей кубовый остаток целесообразно использовать для проведения гидроселекции в эспирационной колонне. Для этого расчетное ее количество из сборника 14 направляют в верхнюю зону концентрационной части колонны через расходомер 3, а избыток - на верхнюю тарелку бражной колонны. Такое решение позволяет сократить расход горячей воды для гидроселекции, греющего пара на перегонку бражки и предотвратить концентрирование органических примесей в БРУ. Расход греющего пара на процесс разгонки рассчитывали, исходя из теплового баланса по расходу воды на охлаждение и ее температуре на входе в конденсатор и выходе из дефлегматора РК. Установлено, что расход греющего пара на разгонку спиртосодержащих фракций в режиме управляемых циклов ректификации составляет 11...13 кг/дал а.а., введенного в колонну. После включения в схему брагоректификации РК выход ректифицированного этилового спирта увеличивается на 3,5...3,7 %. Исследовано, что для эффективного разделения смеси при использовании инновационной технологии в РК достаточно установить 30 контактных устройств известной конструкции и дополнительно оборудовать ее подвижными переливными устройствами, связанными с приводными механизмами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Технологія спирту / В.О.Маринченко, В.А.Домарецький, П.Л.Шиян та ін. – Вінниця.: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.
2. 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.
3. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.
4. Технічні умови України. Концентрат естери-сивушний ТУ У 24.6-30219014-004: 2005.
5. Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. - К: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.

Ю.В.Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

ИННОВАЦИОННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ СПИРТСОДЕРЖАЩИХ ОТХОДОВ БРАГОРЕКТИФИКАЦИИ

Авторами разработана технология управляемой ректификации, которая предусматривает задержку жидкости на тарелках и синхронный ее перелив с тарелки на тарелку по всей высоте разгонной колонны согласно заданного алгоритма при непрерывной подаче в колонну питания и греющего пара. Использование предложенной технологии позволяет сократить расход умягченной воды на гидроселекцию, греющего пара на процесс и исключить возможность концентрирования органических примесей в брагоректификационной установке. При этом повышается качество ректифицированного этилового спирта, его выход увеличивается на 3,5...3,7 %.

Ключевые слова: колонна, ректификация, контактные устройства, массообмен, управляемые циклы.

Булій Ю.В., Шиян П.Л., Дмитрук А.П.

ІННОВАЦІЙНА ТЕХНОЛОГІЯ ПЕРЕРОБКИ СПИРТОВМІСНИХ ВІДХОДІВ БРАГОРЕКТИФІКАЦІЇ

Авторами запропонована технологія керованої ректифікації, яка передбачає затримку рідини на тарілках та синхронний її перелив з тарілки на тарілку по всій висоті розгінної колони відповідно до заданого алгоритму при безперервній подачі в колону живлення та гріючої пари. Використання технології дозволяє скоротити витрати пом'якшеної води на гідроселекцію, гріючої пари на процес та виключити можливість концентрування органічних домішок в

брагоректифікаційній установці. При цьому покращується якість ректифікованого етилового спирту, його вихід збільшується на 3,5-3,7 %.

Ключові слова: колона, ректифікація, контактні пристрої, масообмін, керовані цикли.

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

THE INNOVATIVE TECHNOLOGY OF PROCESSING OF ALCOHOL- CONTAINING WASTE RECTIFICATION

The authors developed a technology-driven rectification, which provides for the delay fluid in the plates and simultaneous her mobility with plates on a plate on the whole height of the accelerating columns according to the set algorithm for continuous feed to the column of power and heating steam. The use of the proposed technology allows to reduce consumption of soft water in hidroselection, heating steam to the process and eliminate the possibility of concentration of organic impurities in a rectification installation. This increases the quality of certificated ethyl alcohol, its output increased by 3.5...3,7 %.

Keywords: column, rectification, contact devices, mass exchange, driven cycles.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Булий Ю.В. Инновационная технология переработки спиртосодержащих отходов брагоректификации [Текст] / Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук // Журнал «Производство спирта и ликероводочных изделий». – 2013. - №1.