

УДК 663.551

Ю.В. Булій, канд. техн. наук

П.Л. Шиян, д-р техн. наук

А.М. Куц, канд. техн. наук

Р.Г. Кириленко, канд. техн. наук

Національний університет харчових технологій

ІННОВАЦІЙНА ТЕХНОЛОГІЯ РЕКТИФІКАЦІЇ В РЕЖИМІ КОНТРОЛЬОВАНИХ ЦИКЛІВ ЗАТРИМКИ І ПЕРЕЛИВУ РІДИНИ

Запропонована і впроваджена у виробництво інноваційна технологія ректифікації в режимі контрольованих циклів затримки і переливу рідини при безперервній подачі в ректифікаційну колону живлення і гріючої пари. Проведені дослідження ефективності технології в процесі вилучення етилового спирту із побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації. Визначені оптимальні технологічні параметри роботи експериментальної розгінної колони в умовах помірної і глибокої гідроселекції. Досліджено розподілення ключових органічних домішок спирту по висоті колони, встановлена залежність ступеню вилучення і кратності концентрування летких домішок від концентрації етилового спирту в кубовій рідині.

Ключові слова: *контрольовані цикли, ректифікація, фазова рівновага, масообмін, ректифікаційна колона.*

Одним із шляхів підвищення ефективності масообміну між рідиною і парою є подовження проміжку часу перебування рідини на тарілках ректифікаційної колони до моменту досягнення рівноважного стану фаз шляхом організації їх роздільного руху. Відомо, що найбільш ефективно розділення летких компонентів на ступенях контакту відбувається в циклічному режимі. Його

© Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.М. Куц, Р.Г. Кириленко, 2016 р.

використання дозволяє підвищити коефіцієнт корисної дії типових контактних пристроїв, покращити фізико-хімічні показники ректифікованого спирту, знизити собівартість обладнання, суттєво скоротити витрати гріючої пари та об'єми спиртовмісних відходів спиртового виробництва [1].

В результаті наукових досліджень, проведених в цьому напрямку, співробітниками НУХТ були запропоновані перші масообмінні апарати циклічної дії. Їх конструкція передбачає періодичну подачу пари та рідини на тарілку живлення. Дія апаратів дозволяє підвищити ефективність масообміну в паровий період шляхом здійснення рідинної затримки на ступенях контакту фаз. Пуск апаратів здійснюється в рідинний період, коли клапани проміжних тарілок знаходяться у положенні «Закрито». Рідина, що надходить в апарат, накопичується на тарілці в якості рідинної затримки і перебуває на ній визначений термін часу. В кінці рідинного періоду подачу рідини закривають і в кубову частину подають пару (паровий період). Механічний привід піднімає клапани чи переводить жалюзійні пластини в положення «Відкрито», і рідина переливається на тарілку, на якій відбувається її контакт з парою [2].

Такі масообмінні апарати не знайшли широкого практичного використання. Причиною цього було складність їх конструктивних рішень щодо реалізації технологічного процесу, відсутність масообміну в період надходження рідини на тарілку або її переливу через необхідність почергової або імпульсної подачі рідинного та парового потоків, а також залежність регулювання об'ємної швидкості переливу рідини від тиску пари.

З метою підвищення ефективності масообміну на ступенях контакту та усунення вищевказаних недоліків авторами була запропонована інноваційна технологія ректифікації в режимі контрольованих циклів затримки і переливу рідини, що відбуваються за заданим алгоритмом, без переривання потоків рідини та гріючої пари [3]. Для проведення досліджень у виробничих умовах ДП «Чуднівський спиртовий завод» була змонтована і включена в схему брагоректифікаційної установки експериментальна колона (рис. 1).

Колона діаметром 426 мм була оснащена 30 ситчастими контактними пристроями з отворами діаметром 2,4 мм. Відстань між тарілками становила 300 мм. Вільний перетин тарілок дорівнював 5,5 %. Колона містить корпус 1, тарілки 5 з контактними елементами 7 та переливними трубами 3, що вставлені в стакани 6. Переливні труби 3 разом із стаканами 6 утворюють переливні пристрої. Їх конструкція запобігала прориву пари в період переливу рідини. На рухомих тягах 4 і 9 закріплені клапани 2.

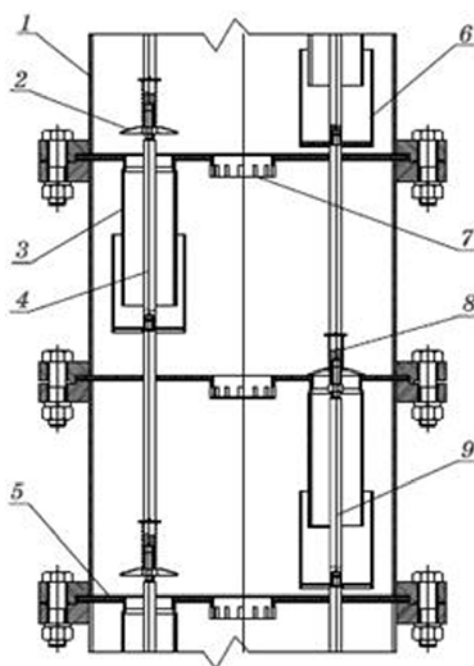


Рис. 1. Повздовжній переріз експериментальної колони з контрольованими циклами затримки і переливу рідини

1 – корпус; 2 – клапан; 3 – переливна труба; 4, 9 – тяги; 5 – тарілка;
6 – стакан; 7 – контактний елемент; 8 – пружина.

Тяги приводились у рух відповідно до програми контролера завдяки дії приводних механізмів (пневмоциліндрів типу DNT 63-50-PPV-A фірми FESTO). Клапани 2 почергово відкривали та закривали переливні отвори парних і непарних за порядком розташування тарілок. Для щільності клапани 2 піджимались пружинами 8. Всі конструктивні елементи колони були виконані із нержавіючої харчової сталі марки 12X18H10T.

Випробовування технології здійснювали в процесі вилучення етилового спирту із фракцій, збагачених органічними домішками, що входять до складу

головної фракції етилового спирту, погонів із конденсаторів бражної колони і сепаратора вуглекислого газу, спиртовловлювачів та сивушного спирту.

Відомо, що ступінь вилучення (α) і кратність концентрування (β) летких органічних домішок залежить від співвідношення рідинного і парового потоків (L/G) та концентрації етанолу по тарілках колони [4]. При сталих витратах потоків живлення та гріючої пари величина L/G і концентрація спирту по висоті колони залежать від кількості води, що надходить на гідроселекцію.

Метою роботи було дослідження ефективності інноваційної технології в процесі розгонки головних, проміжних та кінцевих домішок спирту при переробці побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації: дослідження розподілення летких домішок по висоті розгінної колони, визначення ступеню вилучення та кратності концентрування органічних домішок в залежності від концентрації етилового спирту в кубовій водно-спиртовій рідині.

Для вилучення етанолу спиртовмісні фракції із проміжного збірника відцентровим насосом подавали на 20-у тарілку живлення розгінної колони (РК). Їх витрати становили 96 $\text{дм}^3/\text{год.}$ в перерахунку на абсолютний алкоголь (а.а.). На верхню тарілку колони із напірного збірника самопливом надходила гаряча пом'якшена вода, в нижню її частину подавали гріючу пару. Тиск в кубовій частині колони дорівнював 30 кПа, у верхній її частині 2...5 кПа. Перелив рідини відбувався у два послідовних етапи, які повторювались періодично у часі почергово: на першому етапі рідина переливалася з кожної непарної тарілки на кожну наступну парну за порядком розташування тарілку, на другому етапі - з кожної парної тарілки на кожну наступну непарну тарілку. Робочий цикл процесу масообміну включав час перебування рідини на парних і непарних тарілках, час переливу рідини з парних на непарні та з непарних на парні тарілки і дорівнював 40 с.: час затримки рідини – 13 с., час її переливу – 7 с. Концентрат естери-сивушний (КЕС) відбирали із конденсатора РК в кількості 0,20...0,25 % від а.а. бражки. Очищену від головних та частини проміжних домішок кубову рідину подавали у верхню зону бражної колони.

Для вирішення поставленої задачі розділення багатокомпонентної суміші здійснювали в умовах помірної та глибокої гідроселекції домішок. Для цього витрати пом'якшеної води змінювали від 840 до 1920 дм³/год. У першому випадку концентрація етилового спирту в кубовій рідині становила 11,5 % об., у другому – 5,0 % об. За сталої витрати гріючої пари величина L/G дорівнювала 7,8 і 16,9 відповідно. При більших витратах води температура в нижній частині колони зростала від 95 до 101 °С, у верхній її частині – від 84 до 90 °С.

Технологічна схема включення РК в схему брагоректифікаційної установки відповідала вимогам нормативно-технічної документації [5]. Облік погонів живлення, гідроселекційної води та утвореного КЕС здійснювали за допомогою відповідних витратомірів. Управління автоматичними клапанами та роботою пневмоциліндрів, контроль технологічних параметрів (температури, тиску) відбувався за допомогою автоматичних датчиків, сигнал від яких передавався на мікропроцесорний контролер. В ході досліджень відбирали дослідні проби погонів живлення, кубової рідини, проби з 6, 11, 16, 21, 26-ї тарілок, флегми із дефлегматора та КЕС із конденсатора колони для проведення їх хроматографічного аналізу. Кожну серію дослідів проводили в триразовій повторності. Визначальними обиралися середні величини. Результати хроматографічного аналізу дослідних проб приведені в таблицях 1 і 2.

Розподілення летких органічних домішок спирту по висоті розгінної колони в умовах помірної гідроселекції

Таблиця 1

Домішки	К о н ц е т р а ц і я, мг/дм ³ (в перерахунку на безводний спирт)								
	Погони	Кубова рідина	Номер тарілки					Флегма	КЕС
			6	11	16	21	26		
<i>Альдегіди</i>	186,4	0,4	0,7	1,8	3,9	12,3	15,7	2909	3033
ацетальдегід	174,4	0,4	0,7	1,8	3,9	12,3	15,7	2714	2825
акролеїн	9,2	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	186,8	194
кротональдегід	2,8	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	8,3	13,7
<i>Естери</i>	449,3	0,7	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	5951	6543
етилацетат	347,9	0,7	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	4236	4733
метилацетат	16,9	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	194,3	209,2
ізоамілацетат	81,4	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	1403	1479
ізобутилацетат	3,1	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	106,9	122,1
<i>Сивушне масло</i>	24452	2799	2264	4840	6779	10727	11204	292965	290376

ізопропанол	2,0	0,08	0,2	1,4	1,9	4,7	9,3	21,1	24,9
н-пропанол	7080,8	2704	1425	3813	4342	3292	2537	19826	20961
ізобутанол	6975,1	31,1	118,9	294	816,6	1693	411,2	104021	99634
н-бутанол	36,1	5,7	8,1	19,8	21,4	23,7	26,9	337,2	303,2
ізоамілол	10355	57,2	240,2	711,7	1597	5713	8219	168736	162650
н-пентанол	3,2	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	22,8	17,3
Метанол, %об.	0,026	0,001	0,024	0,102	0,135	0,173	0,190	2,7	2,4
Етанол, % об.	81,0	11,5	18,3	18,7	18,9	15,2	13,1	68,7	75,1

Розподілення летких органічних домішок спирту по висоті розгінної колони в умовах глибокої гідроселекції

Таблиця 2

Домішки	К о н ц е т р а ц і я, мг/дм ³ (в перерахунку на безводний спирт)								
	Погони	Кубова рідина	Номер тарілки					Флегма	КЕС
			6	11	16	21	26		
Альдегіди	186,4	-	2,1	2,5	3,0	10,2	16,7	3308	3407
ацетальдегід	174,4	-	2,1	2,5	3,0	10,2	16,7	3080	3175
акролеїн	9,2	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	215,9	220,9
кротональдегід	2,8	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	11,1	16,2
Естери	449,3	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	6769	7372
етилацетат	347,9	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	4848	5344
метилацетат	16,9	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	225,3	237,1
ізоамілацетат	81,4	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	1573	1653
ізобутилацетат	3,1	-	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	122,9	137,2
Сивушне масло	24452	1264	2594	5959	7201	11267	15569	366409	346623
ізопропанол	2,0	-	сліди	1,1	1,0	сліди	сліди	26,5	31,2
н-пропанол	7080,8	1182	2215	4894	4641	3542	2741	24824	26601
ізобутанол	6975,1	25,5	123,5	306,3	862,7	1757	4268	130079	123055
н-бутанол	36,1	5,3	8,6	23,4	23,9	25,3	28,7	422,4	379,9
ізоамілол	10355	51,6	247	732	1672	5942	8532	211033	196534
н-пентанол	3,2	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	23,8	21,8
Метанол, %об.	0,026	0,001	0,012	0,078	0,104	0,134	0,168	2,5	2,2
Етанол, % об.	81,0	5,0	14,0	14,0	14,0	11,2	7,0	65,0	68,0

Аналіз отриманих результатів показав, що максимальне вилучення альдегідів та естерів відбувається в умовах глибокої гідроселекції домішок. Незалежно від обраних режимів процесу розгонки завдяки подовженню часу контакту фаз на тарілках колони в повній мірі вилучаються акролеїн, кротоновий альдегід, метилацетат, ізоамілацетат, ізобутилацетат та н-пентанол – домішки, які в невеликих концентраціях значно погіршують якісні показники ректифікованого спирту. В умовах помірної гідроселекції в меншій мірі видаляються ацетальдегід, етилацетат, ізопропанол, н-пропанол, ізобутанол, н-

бутанол і ізоаміловий спирт, але зростає інтенсивність вилучення метилового спирту. Проведення глибокої гідроселекції дозволяє понизити в кубовій рідині концентрацію вищих спиртів сивушного масла на 54,8 %, н-пропанолу на 56,3 %, ізобутанолу на 18 %, н-бутанолу на 7 % та ізоамілового спирту на 9,8 %.

Незалежно від концентрації етанолу по висоті РК головні домішки в більшій мірі концентрувалися в конденсаторі. Вміст альдегідів в КЕС перевищував їх вміст у флегмі на 3,5 %, естерів – на 9,1 %. Вищі спирти сивушного масла і метиловий спирт, навпаки, більше концентрувалися в дефлегматорі колони. В умовах помірної гідроселекції концентрація спиртів сивушного масла у флегмі була вищою, ніж у КЕС на 3,2 %, при використанні глибокої гідроселекції – на 5,4 %. При вищевказаних витратах води на гідроселекцію концентрація метилового спирту у флегмі перевищувала його концентрацію в КЕС на 12 % .

За критерій оптимізації процесу розгонки приймали ступінь вилучення та кратність концентрування ключових органічних домішок спирту. Ступінь вилучення визначали за відношенням концентрації домішки у живленні до її концентрації в кубовій рідині, кратність концентрування - за відношенням концентрації домішки у КЕС до її концентрації у живленні. Їх розрахункові значення приведені в таблиці 3.

Ступінь вилучення (α) та кратність концентрування (β) летких домішок спирту в залежності від режиму гідроселекції

Таблиця 3

Групи домішок (назва домішки)	Ступінь вилучення (α)		Кратність концентрування (β)	
	Режим гідроселекції			
	помірна	глибока	помірна	глибока
<i>Альдегіди</i>	466,0	∞	16,3	18,3
ацетальдегід	436,0	∞	16,2	18,2
акролеїн	∞	∞	21,6	24,0
кротоновий альдегід	∞	∞	4,9	5,8
<i>Естери</i>	642,0	∞	14,6	16,4
етилацетат	497,0	∞	13,6	15,4
метилацетат	∞	∞	12,4	14,0

ізоамілацетат	∞	∞	18,5	20,3
ізобутилацетат	∞	∞	39,4	44,3
<i>Сивушне масло</i>	17,5	19,3	11,6	14,2
ізопропанол	25,0	∞	12,5	15,6
н-пропанол	5,4	6,0	3,0	3,8
ізобутанол	224,5	273,5	14,3	17,6
н-бутанол	6,3	6,8	9,3	10,5
ізоамілоловий спирт	181,0	200,7	15,7	19,0
н-пентанол	∞	∞	5,4	6,8
<i>Метанол, % об.</i>	26,0	26,0	92,3	84,6
<i>Етанол, % об.</i>	7,0	16,2	0,9	0,9

Аналіз даних таблиці 3 показав, що зниження концентрації етанолу в кубовій рідині від 11,5 до 5 % об. дозволяє досягти ефективного ступеню вилучення головних домішок, підвищити їх кратність концентрування на 12 %, інтенсифікувати видалення вищих спиртів сивушного масла на 10,3 %, збільшити кратність їх концентрування на 22,4 % та понизити концентрацію етилового спирту в КЕС на 9,5 %. При цьому ступінь вилучення метилового спирту не змінюється, а кратність його концентрування зменшується на 8,3 %. Найменшу ступінь вилучення мав н-пропанол, найнижчу кратність концентрування – н-пропанол і кротоновий альдегід.

Практично доведено, що використання інноваційної технології дозволяє зменшити кількість спиртовмісних відходів на 3,7...3,9 %. При цьому показники ректифікованого етилового спирту відповідають нормативним для сорту «Люкс», а показники утвореного КЕС - вимогам технічних умов [6,7].

Після проведення досліджень запропонована авторами технологія ректифікації була впроваджена у виробництво на ДП «Чуднівський спиртовий завод» і завдяки високій ефективності використовується по теперішній час.

Висновки. Результати експериментальних досліджень довели доцільність використання інноваційної технології ректифікації в режимі контрольованих циклів затримки і переливу рідини в процесі розгонки спиртовмісних фракцій. Зниження концентрації етилового спирту в кубовій рідині від 11,5 до 5 % об. дозволяє досягти ефективного ступеню вилучення головних домішок, підвищити їх кратність концентрування на 12 %, інтенсифікувати видалення

вищих спиртів сивушного масла на 10,3 %, збільшити кратність їх концентрування на 22,4 % та скоротити кількість відходів виробництва на 3,7...3,9 % при стабільно високій якості ректифікованого етилового спирту.

Перспективним напрямком роботи є проведення подальших досліджень можливості підвищення кратності концентрування летких домішок спирту шляхом їх диференційованого відбору із дефлегматора і конденсатора розгінної колони та установки декантатора.

ЛІТЕРАТУРА

1. A.A. Kiss, C.S. Bildea, A control perspective on process intensification in dividing-wall columns, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 50 (2011) 281-292.
2. Патент України 60565 А. Спосіб перетікання рідини на тарілках колонних масообмінних апаратів / Малета В.М., Щуцький І.В., Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б. - Заявлено 10.12.02; Опубл. 15.10.03, Бюл. № 10.
3. Патент України 89874 С2. Спосіб переливу рідини по тарілках колонного апарата у процесі масообміну між парою та рідиною / Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В. – Заявлено 06.06.08; Опубл. 10.03.10, Бюл. № 5.
4. Шиян П.Л. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. / П.Л. Шиян, В.В. Сосницький, С.Т. Олійнічук. – К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.
5. Технологічний регламент переробки головних і сивушних фракцій в процесі брагоректифікації (ТР 30219014-005-2005). – К., 2005.-123 с.
6. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.
7. Технічні умови України. Концентрат естеров-сивушний ТУ У 24.6-30219014-004: 2005. - 17 с.

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.М. Куц, Р.Г. Кириленко

**ИННОВАЦИОННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ РЕКТИФИКАЦИИ В РЕЖИМЕ
КОНТРОЛИРОВАННЫХ ЦИКЛОВ ЗАДЕРЖКИ И ПЕРЕЛИВА
ЖИДКОСТИ**

Предложена и внедрена в производство инновационная технология ректификации в режиме контролируемых циклов задержки и перелива жидкости при непрерывной подаче в ректификационную колонну питания и греющего пара. Проведены исследования эффективности технологии в процессе извлечения этилового спирта из побочных продуктов и полупродуктов брагоректификации. Определены оптимальные технологические параметры работы экспериментальной разгонной колонны в условиях умеренной и глубокой гидроселекции. Исследовано распределение ключевых органических примесей спирта по высоте колонны, установлена зависимость степени извлечения и кратности концентрирования летучих примесей от концентрации этилового спирта в кубовой жидкости.

Ключевые слова: контролируемые циклы, ректификация, фазовое равновесие, массообмен, ректификационная колонна.

Y.V. Buliy, P.L. Shiyan, A.M. Kuts, R.G. Kirilenko

**THE INNOVATIVE TECHNOLOGY OF RECTIFICATION IN THE MODE
OF CONTROLLED DELAY LOOPS AND OVERFLOW OF THE LIQUID**

Proposed and implemented innovative technology of rectification in the mode of controlled delay loops and overflow of the fluid by continuously feeding in a distillation column supply and the heating steam. Conducted studies of the effectiveness of technology in the process of extracting ethanol from by-products and intermediates distillation. The optimal technological parameters of the experimental accelerating column in the conditions of moderate and deep of selection by water. The distribution of key organic

impurities of alcohol at the height of the column, the dependence degree of extraction and the multiplicity of concentrating volatile impurities concentration of ethyl alcohol in the bottoms liquid.

Keywords: *controlled cycles, rectification, phase equilibrium, mass transfer, distillation column.*

Булій Ю.В. Інноваційна технологія ректифікації в режимі контрольованих циклів затримки і переливу рідини [Текст] / Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.М. Куц, Р.Г. Кириленко // Журн. «Харчова промисловість». – К.: НУХТ, 2017. т.23. – № 1. -с. 144-151.