

**ЕНЕРГООЩАДНА ТЕХНОЛОГІЯ ПЕРЕГОНКИ БРАЖКИ
І РОЗГОНКИ СПИРТОВМІСНИХ ФРАКЦІЙ
БУЛІЙ Ю.В.**

yvbuliy@gmail.com

технічних наук, доцент

доцент кафедри біотехнології продуктів бродіння і виноробства

ЗІНЧЕНКО О.І.

zinyu19981998@gmail.com

студент

Національний університет харчових технологій (НУХТ)

м. Київ, Україна

Для очищення ректифікованого спирту (РС) від органічних домішок в процесі брагоректифікації використовують пастеризацію спирту, епюрацію, гідроселекцію, закритий обігрів колон, установку додаткових царг та ін. В брагоректифікаційних установках (БРУ) одночасно з виділенням летких речовин завдяки реакції етерифікації відбувається новоутворення органічних сполук, які погіршують його якість та зменшують вихід кінцевого продукту.

Робочим органом колон різного призначення БРУ є контактні пристрої, за допомогою яких здійснюється масо- і теплообмін між парою і рідиною. Контактні пристрої іменують тарілками. Через зростаючі ціни на енергоносії зусилля дослідників направлені на удосконалення конструкції тарілок з метою забезпечення найбільш інтенсивного масообміну між рідиною і парою. Ефективність тарілок оцінюють за ступенем розділення суміші, що підлягає перегонці, та питомій витраті грючої пари. Контактні пристрої повинні відповідати наступним вимогам: забезпечувати на поверхні тарілки запас рідини (рідинної затримки), досягнення необхідної роздільної здатності при зміні навантаження по пару або рідині, малий гідравлічний опір паровому потоку, мінімальне винесення рідини з нижніх тарілок на верхні, можливість роботи апарата в різних адіабатичних умовах. Коефіцієнт їх корисної дії (ККД) залежить від конструкції, діаметра та

вільного перерізу колони, її навантаження, відстані між тарілками, швидкості пари, фізичних властивостей суміші, що підлягає розділенню тощо. ККД визначають дослідним шляхом. Для більшості тарілок його значення не перевищує 0,4...0,6 [1, 2].

За останні десятиліття запропоновано значну кількість нових контактних пристроїв, особливості яких ще недостатньо досліджені (наприклад, клапанні тарілки EDV, зображені на рис. 1).



Рис. 1. Клапанні тарілки EDV

За конструкцією тарілки поділяють на тарілки із зливними пристроями та без них. До перших відносяться сітчасті (із перфорованим полотном і отворами 0,8–20 мм), ковпачкові, клапанні, баластні, пластинчасті та лускоподібні. Контакт пари і рідини на їх полотні відбувається в барботажному режимі, тому такі тарілки називають барботажними. Кількість рідини, що утримується на тарілці, задається висотою переливної перегородки (висотою переливу). Барботаж пари та рух рідини на полотні тарілки відбувається в умовах перехресного потоку завдяки рівномірному розподілу отворів, ковпачків або клапанів. Вільний перетин тарілки для проходження гріючої пари становить 2–30 %, а площа, зайнята зливним пристроєм, займає 20 % від площі поперечного перетину колони.

На тарілках без переливних пристроїв пара і рідина безперервно рухаються назустріч через одні й ті ж отвори або щілини. Контакт рідини з парою відбувається під час її провалювання через отвори або щілини, тому тарілки такого типу отримали назву «провальні». До них відносяться сітчасті, гратчасті, трубчасті та хвилясті тарілки. На кожній ділянці провальної тарілки встановлюється динамічна рівновага між кількістю рідини, що знаходиться на полотні, та швидкістю парового і рідинного потоків. Живий переріз провальних тарілок

становить 10-30 %. Відсутність зливних пристроїв спрощує їх конструкцію і дозволяє збільшити площу контакту на 15-30 %. Перевагою провальних тарілок є простота конструкції, низька вартість виготовлення та монтажу, порівняно невеликий гідравлічний опір. Їх використання дозволяє збільшити продуктивність БРУ в 1,5-2 рази. До недоліків їх роботи відносять недостатній проміжок часу контакту пари і рідини та невеликий діапазон зміни швидкостей пари для забезпечення динамічної рівноваги.

Ефективність ступінчастого контакту фаз визначають за ступенем досягнення фазової рівноваги між рідиною та парою. Практично така рівновага на барботажних і провальних тарілках не досягається. Як наслідок цього, коефіцієнти їх корисної дії (ККД) не перевищують 0,4...0,6. Для підвищення ефективності типових БРУ витрати гріючої пари збільшують вище нормативних. Наприклад, при сумісній розгонці побічних продуктів та напівпродуктів брагоректифікації, що містять головні, проміжні та кінцеві домішки спирту, питому витрату гріючої пари збільшують на 28,7 % - від 2,56 до 3,59 кг/кг абсолютного алкоголю (а.а.), що подається на тарілку живлення розгінної колони, а кількість тарілок в колоні збільшують до 57 [1].

В умовах зростаючих цін на енергоносії розробка енергоощадних технологій, що дозволяють отримувати високоякісні продукти, є актуальним завданням для спиртової промисловості. Відомо, що витрати гріючої пари на бражну колону (БК) становлять 40...45 % від загальних витрат на брагоректифікаційну установку (БРУ) або 22...24 кг/дал ректифікованого спирту. Одним із основних показників роботи БК є концентрація спирту в бражному дистиляті, непрямим показником якої служить температура над верхньою тарілкою (92...94 °С). Її підвищення дозволяє проводити більш глибоку гідроселекцію для ефективного виділення і концентрування головних та частини проміжних домішок спирту в еспораційній колоні без істотного зниження міцності еспорату.

При сумісній розгонці побічних продуктів та напівпродуктів брагоректифікації технологія вилучення етилового спирту із фракцій, збагачених органічними домішками, не забезпечує в повній мірі видалення разом з головними

проміжних та кінцевих домішок, що негативно впливає на якість товарного спирту. Рис. 2 схематично демонструє рух домішок по колонах типової БРУ непрямої дії, оснащеної бражною, епіюраційною, спиртовою та розгінною колонами.

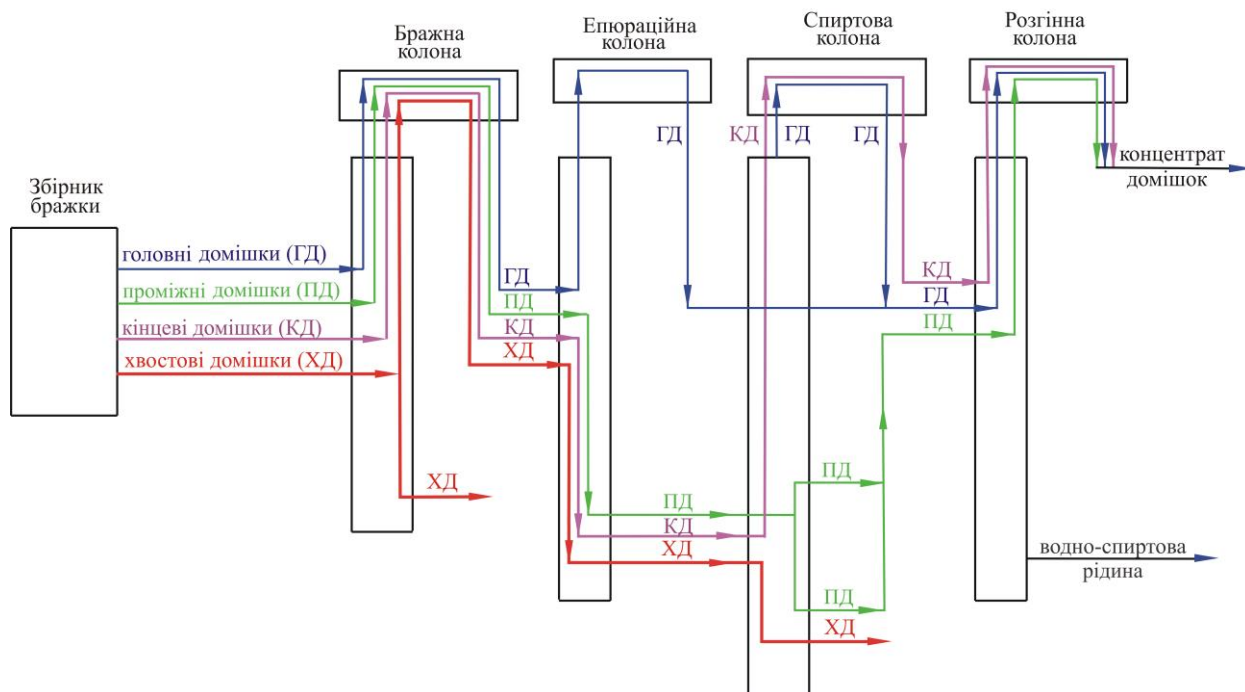


Рис. 2. Рух летких домішок по колонах типової БРУ непрямої дії

Ефективність роботи розгінної колони (РК) визначають за ступенем звільнення кубового залишку від летких домішок, що утворюються на всіх технологічних стадіях виробництва. Включення РК до схеми БРУ вимагає додаткових витрат гріючої пари в середньому до 20 кг/дал абсолютного алкоголю (а.а.), введеного в колону, та гарячої пом'якшеної води для проведення екстрактивної ректифікації в кількості 11,7...20,5 кг/кг а.а. залежно від виду сировини. Експериментально доведено, що ефективно видалення головних домішок (естерів та альдегідів) відбувається в умовах глибокої гідроселекції при концентрації етилового спирту в кубовій рідині 6...8 % об. Для видалення проміжних домішок (вищих спиртів) необхідно понизити концентрацію етилового спирту до 4...5 % об. За таких умов коефіцієнт ректифікації метилового спирту зростає при концентрації етанолу на тарілках РК від 60 % мол. і більше. Підвищення ефективності розділення спиртовмісної суміші можливе при збільшенні кілько-

сті контактних пристроїв в РК до 51...57 і витрати гріючої пари на 28,7 % (від 2,56 до 3,59 кг/кг а.а.) [2].

Враховуючи вищенаведене, була поставлена задача скорочення витрат гріючої пари, підвищення ефективності масообміну на ступенях контакту БРУ, їх експлуатаційних характеристик та покращення якості ректифікованого етилового спирту. Для вирішення задачі авторами запропонована технологія ректифікації, що передбачає здійснення контрольованих циклів затримки рідини на тарілках та синхронного переливу її з тарілки на тарілку по всій висоті ректифікаційної колони відповідно до програми контролера [3,4].

Метою роботи було дослідження ефективності роботи розгінної і бражної колон циклічної дії, ступеню очистки етилового спирту під час розгонки головної фракції та підвищення ефективності процесу брагоперегонки при подовженні часу перебування рідини на тарілках колон для контакту з парою.

Експериментальна колона циклічної дії з тарілками із змінним живим перерізом була виготовлена співробітниками ТОВ «ТІСЕР» в співпраці з науковцями кафедри біотехнології продуктів бродіння і виноробства НУХТ [5]. Її фрагмент показаний на рис. 3.



Рис. 2. Фрагмент експериментальної розгінної колони циклічної дії

Дослідження ефективності інноваційної технології проводились у виробничих умовах ДП «Чуднівський спиртовий завод» (Україна) в процесах розгонки спиртовмісних фракцій та перегонки спиртової бражки.

Здійснення контрольованих циклів затримки та переливу рідини на ступенях контакту РК схематично показано на рис. 4.

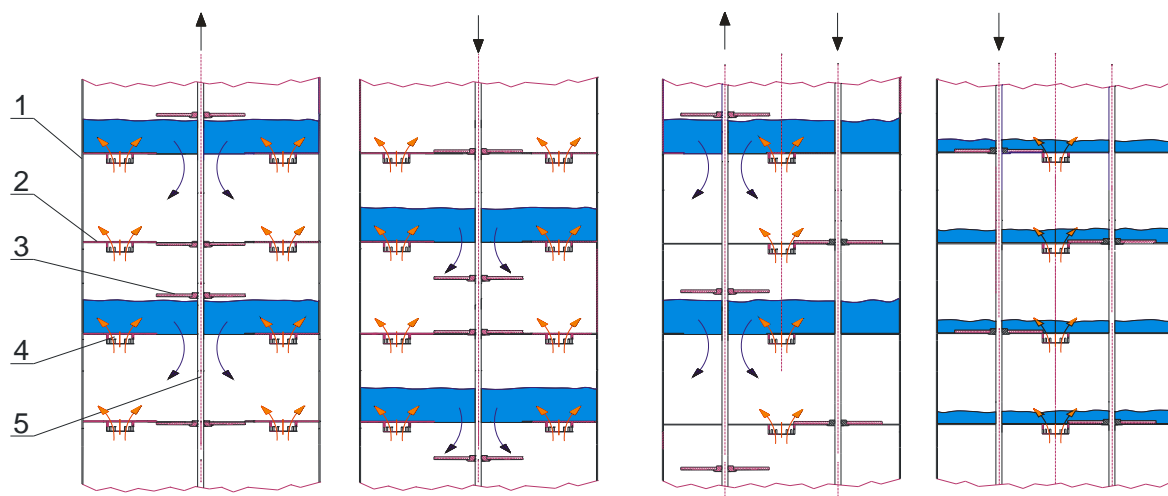


Рис 4. Здійснення контрольованих циклів затримки та переливу рідини на ступенях контакту РК

*1 – корпус розгінної колони; 2 – тарілка, 3 – клапан,
4 – контактний елемент, 5 – рухома тяга*

На першому етапі досліджень на тарілку живлення РК подавали погони із конденсаторів бражної, епюраційної та спиртової колон, конденсатора сепаратора CO₂, сивушний і непастеризований спирт. РК діаметром 630 мм була оснащена 30 сітчастими тарілками з отворами діаметром 2,4 мм. Живий переріз тарілки дорівнював 3,3 %, відстань між тарілками становила 300 мм. Колону було додатково оснащено рухомими переливними пристроями, зв'язаними тягами з пневмоциліндрами. Їх робота відбувалась за заданим алгоритмом. На рухомих тягах були закріплені клапани таким чином, що одні з них були розташовані на парних тарілках, інші на непарних. Клапани почергово закривали та відкривали переливні отвори тарілок залежно від роботи пневмоциліндрів. Управління клапанами та роботою пневмоциліндрів, контроль технологічних параметрів (температури, тиску) відбувався за допомогою автоматичних датчиків, сигнал з яких передавався на мікропроцесорний контролер. Всі конструктивні елементи колони були виготовлені із нержавіючої харчової сталі марки 12X18H10T. На тарілку живлення безперервно надходила суміш вищевказаних погонів в кількості 135 дм³/год від а.а. бражки: головної фракції етилового

спирту – 8,5 %, погонів із конденсатора бражної колони – 9,4 %, конденсатора сепаратора CO₂ – 3,0 %, сивушного спирту – 1,5 %, непастеризованого спирту – 1,5 % від а.а. бражки. Час затримки рідини на тарілках становив 20 с, час переливу – 2 с. Під час розгонки концентрація етилового спирту в кубовій частині становила 6 % об., а по тарілках колони не перевищувала 13,0 % об. Перелив рідини по тарілках відбувалося у два послідовних етапи, які повторювались періодично у часі почергово.

По ходу досліджень відбирались проби живлення, кубової водно-спиртової рідини та естери-сивушного концентрату (КЕС). Результати їх хроматографічного аналізу приведені у табл. 1.

Таблиця 1. Ступінь вилучення (α) та кратність концентрування (β) органічних домішок спирту в умовах типової і циклічної ректифікації

Найменування групи домішок	Концентрація, мг/дм ³			α	β
	живлення	кубова рідина	КЕС		
Етанол, % об.	82,0	5,0	68,0	16,4	–
Типова ректифікація					
Альдегіди	605,0	7,0	10235	86,4	16,9
Естери	637,7	8,0	13467	79,7	21,1
Сивушне масло	27307,9	1293,0	272626	21,1	9,98
Метанол, % об.	0,026	0,0016	1,75	16,2	67,3
Циклічна ректифікація					
Альдегіди	605,0	сліди	13591,2	∞	22,5
Естери	637,7	сліди	17905,2	∞	28,1
Сивушне масло	27307,9	793,0	462079	34,4	16,9
Метанол, % об.	0,026	0,0010	2,66	26,0	102,3

Аналіз отриманих результатів показав, що при затримці рідини на тарілках до 20 с в повній мірі видаляються альдегіди (ацетальдегід), естери (метилацетат, етилацетат, ізобутилацетат, ізоамілацетат) та нетипові домішки (акролеїн, кротоновий альдегід), спирти сивушного масла (ізопропіловий спирт та н-пентанол) – домішки, що навіть у невеликих кількостях суттєво погіршують органолептичні показники ректифікованого спирту. Ступінь вилучення (α) верхніх проміжних домішок і метанолу збільшувалась на 60 %. При цьому крат-

ність концентрування (β) головних домішок зростає на 33 %, вищих спиртів – на 69 %, метанолу – на 52 %.

Альдегіди характеризуються сильним запахом. При взаємодії альдегідів і спиртів утворюються ацеталі та напівацеталі, які крім ацеталів оцтового, пропіонового та масляного альдегідів погіршують якість спирту. В ректифікованому спирті допускається присутність ацетальдегіду, який в нормативних кількостях не впливає на його органолептичні показники.

Кротоновий альдегід, як і акролеїн, відноситься до насичених альдегідів, має гострий запах та неприємний смак. В умовах глибокої гідроселекції в режимі циклічної ректифікації кротоновий альдегід повністю видаляється із кубової рідини.

Разом з ефірами та альдегідами високу ступінь вилучення мали вищі спирти сивушного масла: ізопропанол, н-пропанол, ізобутанол, ізопентанол та н-бутанол. Ці проміжні домішки разом з метиловим спиртом більше концентрувались в дефлегматорі колони. На відміну від головних та проміжних домішок метиловий спирт в процесі бродіння утворюється в незначних кількостях в результаті термічного розпаду пектинових речовин при тепловій обробці сировини. Метанол відноситься до кінцевих домішок і на відміну від головних вилучається із висококонцентрованих розчинів, вміст етилового спирту в яких складає 60 % мас. і більше. Отримані результати свідчать про високу ступінь вилучення та кратність його концентрування при використанні запропонованого способу в умовах глибокої гідроселекції домішок.

Для оцінки енергоефективності експериментальної РК визначали питому витрату гріючої пари в процесі вилучення етилового спирту із ГФ. Витрати гріючої пари (G_n) розраховували, виходячи із теплового балансу за витратами води на охолодження та її температурою на вході в конденсатор і на виході із дефлегматора, за формулою:

$$G_n = \frac{G_v \cdot c_6 \cdot (t_2 - t_1)}{r} \cdot 1,05 = 103 \text{ кг} / \text{год};$$

де G_v – витрати води на охолодження, $\text{дм}^3/\text{год.}$, $G_v = 1058 \text{ дм}^3/\text{год.}$;

C_v – теплоємність води, $C_v = 4,19$ кДж/(кг·град);

t_1 – температура води в колекторі, оС, $t_1 = 15$ оС;

t_2 – температура води після дефлегматора, оС, $t_2 = 65$ оС;

r – прихована теплота пароутворення при тиску 101,3 кПа (для води $r = 2256$ кДж/кг);

1,05 – коефіцієнт, який враховує втрати тепла гріючої пари по висоті РК з урахуванням ізоляції її обичайок.

Питому витрату гріючої пари (G_n^{num} , кг/дал абсолютного алкоголю (а.а.), введеного на тарілку живлення), розраховували за формулою:

$$G_n^{y\delta} = \frac{G_n \cdot 100}{V_{ГФ} \cdot C_{ГФ}} = 13 \quad \text{кг/дал а.а.};$$

де $V_{ГФ}$ – витрата ГФ спирту етилового, дал/год., $V_{ГФ} = 8,5$ дал/год.;

$C_{ГФ}$ – концентрація етилового спирту в ГФ, % об., $C_{ГФ} = 93,3$ % об.

Встановлено, що витрати гріючої пари на розгонку зменшувались майже на 30 % в порівняно з типовими РК (до 13 кг/дал а.а., введеного в колону) за рахунок зменшення живого перерізу тарілок.

На другому етапі досліджували ефективність запропонованої авторами технології в процесі перегонки зрілої бражки. Доведено, що збільшення часу перебування бражки на тарілках експериментальної колони до 12 с дозволяє підвищити концентрацію спирту в бражному дистиляті до 63...65 % об. порівняно з типовими БК. За такої міцності бражного дистиляту можна проводити більш глибоку гідроселекцію головних і верхніх проміжних домішок спирту в епюраційній колоні і завдяки цьому підвищити ступінь очистки епюрату та ректифікованого етилового спирту. При затримці бражки на тарілках більше 12 с концентрація спирту в бражному дистиляті зростала незначно, але при цьому зменшувалась пропускна здатність колони по рідині. Встановлено, що витрати гріючої пари на перегонку бражки в циклічному режимі скорочувались на 37 % (до 14, 4 кг/дал а.а.) порівняно з типовими БК [6].

Висновки. Використання запропонованої технології для розгонки спиртовмісних фракцій дозволяє забезпечити повне видалення альдегідів та естерів, підвищити ступінь вилучення вищих спиртів сивушного масла і метилового спирту до 60 %, збільшити кратність концентрування головних летких домішок на 33 %, сивушного масла – на 69 %, а метилового спирту – на 52 %. Збільшення часу затримки бражки на тарілках БК до 12 с призводить до зростання концентрації етилового спирту у бражному дистиляті на 28 %. Питомі витрати гріючої пари під час перегонки бражки і очистки етилового спирту зменшуються майже на 30 % порівняно з типовими БРУ.

Використана література:

1. Цыганков П.С. Руководство по ректификации спирта / П.С. Цыганков, С.П. Цыганков // М.: ПИЩЕПРОМИЗДАТ, 2001. – 400 с.
2. 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.
3. Українець А.І. Інноваційна технологія ректифікації в режимі роздільного руху фаз [Текст] / А.І. Українець А.І., П.Л. Шиян, Ю.В. Булій, А.М. Куц, // Журн. «Наукові праці НУХТ». – К.: НУХТ, 2017. т.23. – № 5. -с. 55-62.
4. 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.
5. Патент України 116565. Ректифікаційна колона з керованими циклами / Булій Ю.В., Шиян П.Л., Дмитрук А.П., Дмитрук П.А. Заявлено 12.12.16; Опубл. 25.05.17, Бюл. № 10.
6. Булій Ю.В. Оптимизация процесса перегонки спиртовой бражки / Булій Ю.В., Шиян П.Л., Дмитрук А.П., Куц А.М. // Химия и технология пищи. - Каунас: ПИКТУ, 2015. – т. 49, №1. – с.20-28.