

**INCREASING OF OPERATING CHARACTERISTICS OF CYCLE  
COLUMN MASS-EXCHANGE APPARATUS**

**ПІДВИЩЕННЯ ЕКСПЛУАТАЦІЙНИХ ХАРАКТЕРИСТИК  
МАСООБМІННИХ КОЛОННИХ АПАРАТІВ ЦИКЛІЧНОЇ ДІЇ**

**Y.V. Buliy, A.M. Kuts, Shiyan P.L.**

**Ю.В. Булій, А.М. Куц, Шиян П.Л.**

**Національний університет харчових технологій**

**Summary.** The authors propose the energy-saving technology of cyclic rectification in mass-exchange column apparatus of cyclic action, equipped with failure plates. The purpose of the work was to determine the hydrodynamic mode of their operation - the lower and upper critical velocity of the steam at which the liquid is retained on the plates and its vaporization occurs, the study of the effectiveness of innovative technology in alcohol production, as well as the establishment of specific costs of heating steam. The objects of study were the laboratory unit (a 300 mm experimental distillation column equipped with interchangeable mesh and flake plates without overflow devices) and a 950 mm circular rectification column with flush-shaped, circular shafts. Research methods - analytical, chemical, physico-chemical using instruments and research methods used in the production of rectified ethyl alcohol according to the state standard of Ukraine 4222: 2003. The testing of the proposed technology was carried out under the production conditions of the Storonibabsky place of activity of the «State enterprise Ukrspirt» in the process of distillation of alcohol-containing fractions and the removal of birch distillate. The technical solution provided for the extension of the residence time of the liquid on the canvas of the failure plates to extend the contact time of the vapor and the liquid and to achieve a state of phases close to equilibrium. Controlled cycles of delay and fluid overflow occurred in the selected hydrodynamic mode. It is experimentally proved that the lower critical velocity of steam in the bubbling holes of the mesh plates is 5,4 m/s, scales – 6,5 m/s; the upper critical speed is 8 m/s and 16 m/s, respectively. The use of innovative technology in alcohol production allows to increase the degree of

removal of higher fusel and methanol alcohols by 38 %, increase the concentration of the main impurities by 25 %, higher alcohols - by 40 %, methanol - by 37 % and reduce the specific consumption of heating steam in mass exchange columns devices by 34-38 %.

**Keywords:** *ethyl alcohol, volatile impurities, controlled cycles, rectification, failure plates.*

**Анотація.** Авторами запропонована енергозберігаюча технологія циклічної ректифікації в масообмінних колонних апаратах циклічної дії, оснащених провальними тарілками. Метою роботи було визначення гідродинамічного режиму їх роботи – нижньої і верхньої критичної швидкості пари, при яких рідина утримується на тарілках та відбувається її бризковиніс, дослідження ефективності інноваційної технології у спиртовому виробництві, а також встановлення питомих витрат гріючої пари. Об'єктами досліджень були лабораторна установка (експериментальна ректифікаційна колона діаметром 300 мм, оснащена змінними сітчастими та лускоподібними тарілки без переливних пристроїв), та ректифікаційна колона циклічної дії діаметром 950 мм з провальними тарілками, що містили поворотні сегменти, з'єднані з мехатронними підсистемами. Методи досліджень — аналітичні, хімічні, фізико-хімічні з використанням приладів та методики досліджень, що застосовуються у виробництві ректифікованого етилового спирту згідно ДСТУ 4222:2003. Випробовування запропонованої технології проводились у виробничих умовах Сторонибабського МПД ДП «Укрспирт» в процесах розгонки спиртовмісних фракцій і епюрації бражного дистиляту. Технічне рішення передбачало подовження часу перебування рідини на полотні провальних тарілок для подовження часу контакту пари і рідини і досягнення стану фаз, близького до рівноважного. Контрольовані цикли затримки і переливу рідини відбувалися в обраному гідродинамічному режимі. Експериментально доведено, що нижня критична швидкість пари в барботажних отворах сітчастих тарілок становить 5,4 м/с, лускоподібних – 6,5 м/с; верхня критична швидкість – 8 м/с та 16 м/с відповідно. Використання

інноваційної технології у спиртовому виробництві дозволяє збільшити ступінь видалення вищих спиртів сивушного масла і метанолу на 38 %, підвищити кратність концентрування головних домішок на 25 %, вищих спиртів — на 40 %, метанолу — на 37 % та зменшити питому витрату гріючої пари в масообмінних колонних апаратах на 34-38 %.

**Ключові слова:** *етиловий спирт, легкі домішки, контрольовані цикли, ректифікація, провальні тарілки.*

**Постановка проблеми.** В зв'язку із зростаючими цінами на енергоносії в останні роки в Україні значно зріс інтерес до вивчення циклічних способів ректифікації. Пілотні випробовування масообмінних колонних апаратів циклічної дії довели можливість зменшення питомої витрати гріючої пари в типових брагоректифікаційних установках до 34-38 %. Вирішенню цієї задачі присвячені наукові праці Мак Віртера і Кеннона (1961 р.), Sommerfelda, Чіена, Робінсона і Енджела (1966 р.), Шродта, Гельперина (1976 р.), Бейрона (1980-1981 р.), Фрезера, Томсона, Сьоні, Антона Кісс, Матсубара (1985 р.) та ін.

Питанням енерго- та ресурсозбереження, підвищення ефективності масообміну та коефіцієнтів корисної дії тарілок циклічної дії присвячена велика кількість наукових праць видатних вчених і в теперішній час. Заслужують на увагу дослідження, проведені в цьому напрямку, В.П. Кривошеєвим, О.В. Ануфрієвим, М.І. Фараховим, С.Б. Азізовим, А.А. Kiss, Н.Р. Flodman, М. Matsubara, М. Petrus та ін. [1,2]. Незважаючи на отримані позитивні результати досліджень та переваги циклічного режиму ректифікації, обґрунтовані методами математичного моделювання, відомі способи і запропоновані експериментальні моделі не знайшли широкого практичного використання у спиртовому виробництві [3].

До недоліків їх роботи відносять залежність роботи переливних пристроїв від тиску пари, обмеженість колонних апаратів по висоті, необхідність встановлення проміжних тарілок, виникнення імпульсу запізнення відкриття та закриття рухомих клапанів та ін.

Відсутність масообміну в паровий період, коливання тиску пари в колекторі, нижніх частинах колон циклічної дії і теплообмінному обладнанні (дефлегматорах, конденсаторах) негативно впливають на якість готової продукції та роботу інших колон. Складність прийнятих конструктивних рішень для забезпечення циклічного режиму знижують надійність роботи технологічного обладнання.

Для вирішення поставленої задачі і усунення вищевказаних недоліків авторами запропоновані технологія ректифікації, що передбачає циклічний перелив рідини по тарілках колонного апарата за безперервної подачі гріючої пари у нижню його частину, та конструкція колонного масообмінного апарата, яка дозволяє здійснювати контрольовані цикли затримки рідини на тарілках [4,5]. Їх використання дає можливість підвищити ефективність масообміну між рідиною і паром на ступенях контакту, збільшити ступінь вилучення і кратність концентрування летких органічних домішок спирту, пропускну здатність технологічного обладнання по парі і рідині та зменшити енерговитрати в процесі розділення багатокомпонентних сумішей.

Технічне рішення передбачає оснащення масообмінних колонних апаратів провальними тарілками (дірчастими, рейчастими, трубчастими, хвилястими та ін.) та подовження часу перебування рідини на їх полотні для подовження часу контакту пари і рідини і досягнення стану фаз, близького до рівноважного [6,7]. Перевагою провальних тарілок в порівнянні з барботажними є збільшення площі контакту пари і рідини на 15-20 % завдяки відсутності зливних пристроїв і приймальних карманів, простота конструкції, низька вартість виготовлення і монтажу, порівняно невеликий гідравлічний опір. Головний недолік – невеликий інтервал зміни швидкостей пари і рідини, в межах якого підтримується стійка та ефективна їх робота, недостатній час контакту фаз, а також перемішування рідини на суміжних тарілках.

**Метою роботи** було визначення гідродинамічного режиму роботи провальних тарілок в циклічному режимі: діапазону значень швидкості пари, при яких рідина утримується на тарілці, провалюється через барботажні отвори

та виноситься у вигляді бризок на верхні тарілки, а також дослідження ефективності запропонованої технології та встановлення питомих витрат гріючої пари у виробничих умовах в процесах розгонки спиртовмісних фракцій і епіюрації бражного дистиляту.

**Об'єкт та методика досліджень.** Об'єктами досліджень були провальні тарілки без переливних пристроїв (сітчасті та лускоподібні) і масообмінний колонний апарат циклічної дії, оснащений провальними тарілками.

Методи досліджень — аналітичні, хімічні, фізико-хімічні з використанням приладів та методики досліджень, що застосовуються у виробництві ректифікованого етилового спирту. Витрати рідини контролювали за допомогою витратоміру РМ, швидкість повітря у вільному перерізі колони — анемометром МС-13, в отворах тарілок — розрахунковим методом. Концентрацію летких домішок спирту визначали на газовому хроматографі з колонкою НР FFAP 50 m×0,32 m. Аналіз дослідних проб виконували згідно ДСТУ 4222:2003 «Горілки, спирт етиловий та водно-спиртові розчини. Газохроматографічний метод визначення вмісту мікрокомпонентів».

**Виклад основних результатів дослідження.** Необхідною умовою для визначення гідродинамічного режиму роботи провальних тарілок в циклічному режимі є визначення гранично допустимої швидкості пари (верхньої і нижньої критичної швидкості) у вільному перерізі колони та барботажних отворах. Нижня межа відповідає такій швидкості пари, за якої «провал» рідини з верхніх тарілок на нижні припиняється. Верхня межа відповідає швидкості пари, при якій розпочинається винесення рідини з нижніх тарілок на верхні (бризковиніс), що призводить до зменшення поверхні контакту фаз.

Дослідження проводили на експериментальній ректифікаційній колоні, оснащений змінними контактними пристроями – сітчастими і лускоподібними, в системі вода-повітря. Характеристики колони: діаметр – 300 мм; кількість тарілок – 5 шт.; відстань між тарілками – 300 мм; діаметр барботажних отворів – 2,4 мм; площа перерізу отворів лусок абочного типу – 19,42 мм<sup>2</sup>; товщина полотна тарілки – 2 мм; вільний переріз тарілки – 2,6 %; висота шару рідини на

тарілках – 35 мм. Для сітчастих тарілок витрати повітря змінювали в діапазоні 1-15 дм<sup>3</sup>/с, що відповідає зміні швидкості в барботажних отворах 1,5-10 м/с., щільність зрошення змінювали від 4 до 11 м<sup>3</sup>/м<sup>2</sup>·год. Для лускоподібних тарілок щільність зрошення змінювали від 5 до 15 м<sup>3</sup>/м<sup>2</sup>·год.

Періодичний перелив рідини з тарілки на тарілку відбувався завдяки примусовій роботі переливних пристроїв, що містили рухомі елементи, зв'язані з приводним механізмом [5].

На першому етапі досліджень були встановлені гідродинамічні режими стабільної роботи сітчастих і лускоподібних тарілок в циклічному режимі, визначені гранично допустимі значення швидкості повітря в барботажних отворах і у вільному перерізі колони. Для сітчастих тарілок: нижня критична швидкість повітря в барботажних отворах ( $V_{омв}$ ) становила 5,4 м/с; лінійна швидкість повітря у вільному перерізі колони ( $V_{лін}$ ) — 0,25 м/с. Для лускоподібних тарілок: ( $V_{омв}$ ) дорівнювала 6,5 м/с; ( $V_{лін}$ ) в барботажному режимі роботи тарілок становила 0,5-0,9 м/с, перехідному — 0,9-1,3 м/с і струменевому — 1,3-2,0 м/с.

На другому етапі була визначена швидкість повітря в отворах ( $V_{бр}$ ), за якої спостерігався бризковинос рідини. Для сітчастих тарілок: ( $V_{бр}$ ) становила 8 м/с; при цьому ( $V_{лін}$ ) дорівнювала 0,7 м/с; відносна величина бризковиносу ( $e$ ) не перевищувала 0,01 кг рідини на 1 кг повітря. Для лускоподібних тарілок: ( $V_{омв}$ ) дорівнювала 16 м/с; ( $V_{лін}$ ) становила 1,3-1,5 м/с; в струменевому режимі ( $e$ ) не перевищувала 0,2 кг/кг повітря, в барботажному режимі — 0,1 кг/кг. Крім того, було встановлено, що інтенсивний перелив рідини через барботажні отвори відбувається при швидкостях повітря, менших від нижньої критичної. Для дослідних типів тарілок така швидкість не повинна перевищувати 1,5-1 м/с. Отримані експериментальні дані можуть бути використані для проектування тарілчастих масообмінних апаратів циклічної дії [8,9].

Дослідження ефективності запропонованої технології проводились у виробничих умовах Сторонибабського МПД ДП «Укрспирт» в процесах розгонки спиртовмісних фракцій і епюрації бражного дистиляту. Для

досліджень була змонтована експериментальна ректифікаційна колона (РК) діаметром 950 мм, оснащена лускоподібними тарілками без зливних пристроїв, що містили поворотні сегменти, з'єднані із стандартними пневмоциліндрами двобічної дії типу DNT 63-50-PPV-A. Дія пневмоциліндрів відбувалась по чергово відповідно до програми контролера M340 фірми «Schneider Electric». При цьому поворотні сегменти відкривали та закривали переливні отвори тарілок таким чином, що перелив рідини відбувався періодично по висоті колони зверху до низу. Управління мехатронними підсистемами здійснювали сучасними комп'ютерно-інтегрованими засобами. Фрагмент експериментальної ректифікаційної колони циклічної дії показано на рис. 1.



**Рис.1. Експериментальна ректифікаційна колона циклічної дії**

В період затримки рідини на полотні тарілки відбувався масообмін між рідиною і парою, яка барботувала через отвори контактних пристроїв. В цей проміжок часу рухомий клапан закривав переливний отвір і провалу рідини через отвори не відбувалося. В момент відкривання переливного отвору швидкість пари в барботажних отворах миттєво змінювалась, ставала нижчою за критичну, за якої рідина утримується на полотні, і відбувався її «провал» на нижче розташовану тарілку. Швидкість пари змінювалась по чергово завдяки

зміні вільного перерізу тарілок в заданому діапазоні значень за заданим алгоритмом.

В ході досліджень відбирались дослідні проби живлення (*Ж*), кубової рідини (*КР*), концентрату естери-сивушного (*КЕС*), епюрату (*Е*), головної фракції (*ГФ*), ректифікованого етилового спирту (*РС*) і проводився їх хроматографічний аналіз. За результатами аналізу розраховували ступінь вилучення ( $\alpha$ ) і кратність концентрування ( $\beta$ ) летких домішок спирту та їх груп. Значення ( $\alpha$ ) розраховували за відношенням концентрації домішки у живленні до її концентрації в кубовій рідині, ( $\beta$ ) – за відношенням концентрації домішки у *КЕС* до її концентрації у живленні:

$$\alpha = \frac{X_M}{X_O}; \quad \beta = \frac{X_D}{X_M},$$

де  $X_M$ ,  $X_D$ ,  $X_O$  – концентрація домішок спирту у живленні, у дистиляті (*КЕС*) і *КР*, мг/дм<sup>3</sup>.

Результати хроматографічного аналізу та розрахункові значення ( $\alpha$ ) і ( $\beta$ ) в обраному гідродинамічному режимі приведені в таблиці.

### Результати хроматографічного аналізу дослідних проб і розрахункові значення ( $\alpha$ ) і ( $\beta$ ) летких домішок спирту

Таблиця

Група домішок	Концентрація, мг/дм <sup>3</sup>						$\alpha$	$\beta$
	Ж	КР	КЕС	Е	ГФ	РС		
Етанол, % об.	30,5	3,7	67	30,1	92,5	96,5	8,2	2,2
Альдегіди	318,6	2,7	2302,2	0,3	1135,3	0,2	115,9	7,2
Естери	40,5	—	448615,1	—	2395	—	$\infty$	11076,9
Метанол, %	0,18	0,0003	2,7	0,0023	0,5	0,0003	600	14,9
Сивушне масло	105882,7	726,9	726463,8	1179,8	3113,2	0,8	145,7	6,9

Встановлено, що у вищевказаних умовах зростала рушійна сила процесу масообміну через збільшення градієнту концентрацій летких компонентів, покращувались дифузійні характеристики контактних пристроїв, підвищувалась ефективність їх роботи і зменшувались питомі витрати гріючої пари. Після включення експериментальної ректифікаційної колони в якості розгінної вихід ректифікованого етилового спирту збільшився на 3,8 %. В процесі розгонки повністю видалялися естери. Порівняно з типовою розгінною



колоною ступінь видалення вищих спиртів сивушного масла і метанолу збільшилась на 38 %, кратність концентрування головних домішок підвищилась на 25 %, вищих спиртів — на 40 %, метанолу — на 37 %.

Еспериментально доведено, що питома витрата гріючої пари на розгінну колону зменшилась від 25 до 16 кг/дал безводного спирту, введеного на тарілку живлення, на епіюраційну колону — від 15 до 8,2 кг/дал безводного спирту. За всіма показниками отриманий спирт етиловий ректифікований і в першому, і в другому випадках відповідав вимогам для спирту сорту «Люкс».

### **Висновки і перспективи подальших наукових досліджень.**

Запропонована технологія циклічної ректифікації в масообмінних колонних апаратах, оснащених провальними тарілками. Визначено діапазон гранично допустимих значень швидкості пари у вільному перерізі колони і барботажних отворах тарілок, при яких відбуваються контрольовані цикли затримки рідини на їх полотні. Проведені дослідження ефективності запропонованої технології в процесах розгонки спиртовмісних фракцій і епіюрації бражного дистиляту. Встановлено, що використання інноваційної технології у спиртовому виробництві дозволяє збільшити ступінь видалення вищих спиртів сивушного масла і метанолу на 38 %, підвищити кратність концентрування головних домішок на 25 %, вищих спиртів — на 40 %, метанолу — на 37 % та зменшити питому витрату гріючої пари в масообмінних колонних апаратах в середньому на 36 % в порівнянні з типовими.

Перспективним напрямком роботи є проведення досліджень ефективності процесу перегонки спиртової бражки в масообмінних колонних апаратах циклічної дії, оснащених провальними тарілками, встановлення питомої витрати пари за нормативних втрат етилового спирту з бардою.

### **Список літературних джерел**

1. Кривошеев В.П., Ануфриев А.В. Основы и эффективность циклических режимов процесса ректификации. *Фундаментальные исследования*. 2015. № 11-2. С. 267-271. URL: <http://fundamental-research.ru/ru/article/view?id=39322> (дата звернення 12.08.2019).

2. Kiss A. Cyclic distillation – Design, control and applications // Separation and Purification Technology. – 2014. – Vol. 125. – P. 326–336.

3. Українець А.І., Шиян П.Л., Булій Ю.В., Куц А.М. Інноваційна технологія ректифікації в режимі роздільного руху фаз. Наукові праці НУХТ. 2017. Т.23, № 5. Ч. 2. С. 55-62.

4. Спосіб переливу рідини по тарілках колонного апарата у процесі масообміну між парою та рідиною: пат. 89874 Україна: МПК (2009) B01D 3/00. № 200807767; заявл. 06.06.08; опубл. 10.03.10, Бюл. № 5/2010. 4 с.

5. Ректифікаційна колона з керованими циклами: пат. 116565 Україна: МПК B01D 3/30 (2006.01). № 201612611; заявл. 12.12.16 опубл. 25.05.17, Бюл. № 10/2017. 5 с.

6. Спосіб масообміну між рідиною і парою в колонному апараті: пат. 136560 Україна: МПК (2006) B01D 3/00. № 201902119; заявл. 01.03.19; опубл. 27.08.19, Бюл. № 16/2019. 4 с.

7. Масообмінна контактна тарілка: пат 136561 Україна: МПК (2006) D01D 3/30 (2006.01). № 201902122; заявл. 01.03.19; опубл. 27.08.19, Бюл. № 16/2019. 4 с.

8. Simon L.L., Kencse H., Hungerbuhler K. Optimal rectification column, reboiler vessel, connection pipe selection and optimal control of batch distillation considering hydraulic limitations. *Chemical Engineering and Processing*. 2009. No. 48. P. 938-949.

9. Kiss A.A., Bildea C.S. A control perspective on process intensification in dividing-wall columns. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*. 2011. No. 50. P. 281-292.

Дата надходження статті до редакції 24.09.19.