

## СПОСІБ ОТРИМАННЯ РЕКТИФІКОВАНОГО СПИРТУ

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової галузі, і може бути використаний в гідролізній, хімічній, нафтопереробній, фармацевтичній промисловості та у виробництві біоетанолу.

Ефективність відомих способів отримання ректифікованого етилового спирту залежить від ступеню його очистки від летких органічних домішок, виходу готового продукту із однієї тони умовного крохмалю, а також від ресурсо- та енерговитрат на його виробництво. Для підвищення виходу ректифікованого спирту типові брагоректифікаційні установки оснащують додатковою розгінною колоною, робота якої передбачає вилучення етилового спирту із побічних продуктів брагоректифікації – головної фракції і сивушного масла. При цьому вихід ректифікованого етилового спирту збільшується від 95-96 до 98-99,7 % від спирту, введеного з бражкою (Цыганков П.С. Ректификационные установки спиртовой промышленности. М. «Легкая и пищевая пром-сть», 1984. – с. 49).

Відомий спосіб отримання ректифікованого спирту шляхом вилучення етилового спирту із головної фракції в розгінній колоні (1. Технологія спирту. В.О. Маринченко, В.А. Домарецький, П.Л. Шиян, В.М. Швець, П.С. Цыганков, І.Д. Жолнер / під ред. проф. В.О. Маринченко. – Вінниця: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.; 2. Авторское свидетельство № 242093. Установка для получения спирта-ректификата / П.С. Цыганков и В.А. Носенко. – Заявлено 12.01.68; Опубл. 25.04.69. Бюл. № 15. 2 с.).

Спосіб передбачає подачу головної фракції із конденсатора епюраційної колони в середню зону розгінної колони, гарячої пом'якшеної води для гідроселекції домішок на верхню її тарілку, а гріючої пари в нижню (кубову) частину. В процесі екстрактивної ректифікації концентрація спирту на тарілках колони знижується, а леткість головних домішок збільшується, в результаті чого домішки ефективно вилучаються. Кубову водно-спиртову рідину, звільнену від основної маси домішок, виводять з нижньої частини колони і

подають в бражку. Головні домішки концентруються у верхній частині розгінної колони. Після конденсації вторинної пари, що виходить з колони, отримують гетерогенну суміш, яка складається переважно із ефірів, альдегідів, води та невеликої кількості спирту. Конденсат пари направляють в декантатор для розшарування суміші. Верхній шар, що є концентратом головної фракції (КГФ) з невеликим вмістом спирту, виводять із установки як побічний продукт ректифікації. Нижній водяний шар, в якому містяться деяка кількість головних домішок і залишок спирту, у вигляді флегми повертають на зрошення розгінної колони.

Найбільш близьким до запропонованого способу по технічній сутності та результату, що досягається, є спосіб отримання ректифікованого спирту в брагоректифікаційній установці з відбором побічних домішок у вигляді одного продукту – СЕАК (Цыганков П.С. Ректификационные установки спиртовой промышленности. М. «Легкая и пищевая пром-сть», 1984. – с. 38-50). Спосіб передбачає підігрів бражки водно-спиртовими парами до температури 70-85 °С у підігрівачі, звільнення бражки від вуглекислого та інших неконденсованих газів в сепараторі, перегонку бражки в бражній колоні, епюрацію бражного дистиляту (звільнення від головних і частково кінцевих домішок) в епюраційній колоні, подачу епюрату в спиртову колону, виділення спирту із епюрату, його очистку від проміжних домішок і концентрування, подачу в концентраційну зону розгінної колони спиртовмісних погонів із спиртовловлювачів, конденсатора сепаратора вуглекислого газу, конденсатора епюраційної колони (головної фракції спирту етилового), конденсатора спиртової колони (непастеризованого спирту) та конденсаторів сивушного масла і сивушного спирту, на верхню її тарілку гарячої лютерної води, в середню частину декантатора флегми із дефлегматора розгінної колони, розшарування гетерогенної суміші в декантаторі на верхній шар, що містить, в основному, ефіри та альдегіди, і нижній (флегму), збагачений водою і містить деяку кількість головних домішок та спирту, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату (СЕАК) із верхньої його частини і повернення флегми на

зрошення розгінної колони із нижньої його частини. Після звільнення від всіх головних і проміжних домішок спирту кубову водно-спиртову рідину із нижньої частини розгінної колони подають в бражку або на верхню тарілку бражної колони. Для забезпечення заданого технологічного режиму на трубопроводах подачі бражки, бражного дистиляту, головної фракції, непастеризованого спирту, сивушного масла, сивушного спирту і погону із конденсатора сепаратора вуглекислого газу встановлюють витратоміри. Вихід СЕАК становить 0,4...0,6 % від введеного в бражну колону спирту.

Спосіб дозволяє підвищити вихід ректифікованого спирту на 3,0-3,7 % від спирту, введеного з бражкою, шляхом вилучення етилового спирту із побічних продуктів, а також видаляти із установки леткі домішки в концентрованому стані у вигляді єдиного продукту, що спрощує спосіб відбору, умови зберігання і транспортування відходів.

Разом з тим відомий спосіб не виключає наступні недоліки:

1. Оснащення брагоректифікаційних установок спиртовловлювачами, конденсатором сепаратора вуглекислого газу, конденсаторами епюраційної та спиртової колон, а також конденсаторами сивушного масла і сивушного спирту потребує збільшення витрати води на охолодження для конденсації парів у конденсаторах на 40 % і призводить до збільшення металоємності теплообмінного обладнання та собівартості брагоректифікаційної установки.
2. Спосіб передбачає подачу в розгінну колону спиртовмісних погонів з температурою 30-35 °С (конденсату пари) із всіх конденсаторів. Для нагрівання цих погонів і вилучення з них етилового спирту необхідно збільшити витрати гріючої пари в розгінній колоні на 28,7 % - до 3,59 кг/кг абсолютного алкоголю або до 25 кг на 1 дал спирту, введеного в колону (Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. - К: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.).

В основу винаходу поставлена задача зменшити витрати води на охолодження теплообмінного обладнання, питому витрату пари на розгонку спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації, а також

металоємність теплообмінного обладнання і собівартість брагоректифікаційних установок.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб отримання ректифікованого спирту передбачає підігрів бражки водно-спиртовими парами в підігрівачі, звільнення бражки від вуглекислого та інших неконденсованих газів в сепараторі, її перегонку в бражній колоні, подачу бражного дистилляту в епюраційну колону, отримання епюрату, звільненого від головних і частково кінцевих домішок, подачу епюрату в спиртову колону, виділення із епюрату спирту, очистку спирту від проміжних домішок і його концентрування, подачу в концентраційну частину розгінної колони головної фракції, непастеризованого спирту, сивушної фракції та сивушного спирту, на верхню тарілку колони гарячої лютерної води, а в середню частину декантатора флегми із дефлегматора цієї колони, розшарування гетерогенної суміші в декантаторі, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату із верхньої його частини і повернення флегми на зрошення колони із нижньої його частини, подачу кубової рідини розгінної колони в бражку або на верхню тарілку бражної колони, Згідно винаходу в розгінну колону подають спиртовмісні пари із сепаратора, дефлегматорів бражної, епюраційної та спиртової колон, а також пари сивушної фракції і сивушного спирту, причому для подачі всіх парів різниця тисків в місцях їх відбору і вводу в колону повинна становити 0,1-5 м. вод. ст.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і технічним результатом полягає в наступному.

Згідно відомого способу водно-спиртові пари із бражної, епюраційної і спиртової колон спочатку надходять у відповідні дефлегматори, в яких конденсуються висококиплячі леткі компоненти - вода (температура кипіння 100 °С), складні естери та вищі спирти сивушного масла (температура кипіння 102 °С і вище). Пари, які містять низькокиплячі леткі компоненти – метиловий спирт (температура кипіння 64 °С), ефіри та альдегіди (температура кипіння нижча за 78,3 °С, що відповідає температурі кипіння етилового спирту) і не

сконденсувалися в дефлегматорах, надходять для подальшої конденсації в конденсатори. Для конденсації парів в міжтрубному просторі в труби конденсаторів і дефлегматорів послідовно подають холодну воду в протитоці з паром. У випадку включення в технологічну схему спиртовловлювачів вода на охолодження послідовно проходить спочатку через труби спиртовловлювачів, потім конденсаторів, а далі дефлегматорів. Температура води на вході в спиртовловлювачі або конденсатори в зимній період становить 10-15 °С, в літній період 20-25 °С. Температура води на виході після дефлегматорів становить 65 °С. Після конденсації низькокиплячих парів в спиртовловлювачах і конденсаторах температура води в трубах підвищується в середньому на 10 °С, тому в дефлегматори надходить більш тепла вода з температурою в зимній період 20-25 °С, а в літній період 30-35 °С.

В протиположному відомому запропонований спосіб не передбачає включення в технологічну схему спиртовловлювачів, конденсатора сепаратора вуглекислого газу, конденсаторів бражної, епюраційної і спиртової колон, а також конденсаторів сивушного масла та сивушного спирту. Завдяки цьому в труби дефлегматорів надходить вода на охолодження з нижчою температурою (10-15 °С в зимній і 20-25 °С в літній періоди). Таким чином загальні витрати води на охолодження теплообмінного обладнання зменшуються на 40 % в порівнянні з відомим способом.

Крім того відомий спосіб передбачає введення на тарілки живлення розгінної колони спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів у вигляді конденсату пари з температурою 25-35 °С із спиртовловлювачів, конденсатора сепаратора вуглекислого газу, конденсаторів бражної, епюраційної і спиртової колон, а також конденсату парів сивушної фракції і сивушного спирту. Для ефективного виділення і концентрування летких домішок спирту із вищевказаних спиртовмісних погонів необхідною умовою є збільшення витрати гріючої пари до 25 кг на 1 дал спирту, введеного в колону.

Згідно запропонованого способу на тарілки живлення розгінної колони подають спиртовмісні напівпродукти і побічні продукти у пароподібному стані

– пари, що не сконденсувалися в сепараторі вуглекислого газу, дефлегматорі бражної колони, дефлегматорі епіюраційної колони (головної фракції) і дефлегматорі спиртової колони (непастеризованого спирту). При цьому відпадає необхідність додаткової витрати гріючої пари на нагрівання погонів до температури кипіння і утворення вторинної пари на тарілках розгінної колони. Тому запропонований спосіб дозволяє зменшити витрати гріючої пари в розгінній колоні на 30 % в порівнянні з відомим способом.

На Фіг. 1 представлено апаратурно-технологічну схему установки для реалізації запропонованого способу. Установка включає сепаратор вуглекислого газу 1, бражну колону (БК) 2, підігрівач бражки 3, дефлегматори 4, 6, 8, 9, 13, епіюраційну колону (ЕК) 5, спиртову колону (СК) 7, напірний збірник гарячої лютерної води 10, розгінну колону (РзК) 11, сепаратор флегми 12, декантатор 14, теплообмінник 15, збірник СЕАК 16, конденсатор 17, спиртовловлювач 18, барометричний конденсатор 19, барометричний ящик 20 і вакуум-насос 21.

Запропонований спосіб здійснюється наступним чином. Зріла спиртова бражка (Б) надходить в установку, підігрівається до температури 70-85 °С водно-спиртовими парами бражної колони (БК) 2 в підігрівачі 3, далі поступає в сепаратор 1, в якому звільнюється від вуглекислого газу та інших неконденсованих газів, після чого вводиться в БК 2. В сепараторі 1 разом з неконденсованими газами виноситься деяка кількість спирту. Для його вилучення пару із верхньої частини сепаратора 1 спрямовують в концентраційну частину РзК 11 через витратомір *FIT4* і аналогову заслінку *VGA4*. В нижні частини БК 2, ЕК 5, СК 7 і РзК 11 безперервно подають гріючу пару (П). У випадку закритого обігріву із випарників відводять конденсат пари (К). Із кубової частини БК 2 безперервно відводять звільнену від спирту і летких домішок барду (Брд). В труби дефлегматорів 4, 6, 8, 9, 13, конденсатора 17 і спиртовловлювача 18 подають воду на охолодження. Конденсат водно-спиртової пари, що сконденсувалася в підігрівачі 3 і водяній секції дефлегматора 4, подають у верхню частину ЕК 5. Звільнений від головних

(ефірів і альдегідів), частини верхніх проміжних (вищих спиртів сивушного масла) і кінцевих (метилового спирту) домішок спирту бражний дистилят – епурат (*E*) подають на живлення *СК 7*. Неконденсовані в дефлегматорі 6 низькокиплячі пари головної фракції (*ГФ*) направляють через витратомір *FIT3* і аналогову заслінку *VGA3* в концентраційну частину *РзК 11*. В *СК 7* відбувається очистка етилового спирту від проміжних домішок та його концентрування. Ректифікований (пастеризований) спирт (*РС*) відбирають з 3, 7, 8 або 10–ї тарілок, рахуючи зверху *СК 7*. Проміжні домішки виводять із цієї колони у вигляді двох продуктів: сивушної фракції (*СФ*), яку відбирають із парового простору 5, 7, 9 та 11–ї тарілок, рахуючи знизу колони, і сивушного спирту (*СС*), який відбирають із парового простору 17-20 або 25–ї тарілок, рахуючи знизу. Для вилучення етилового спирту пари *СФ* і *СС* спрямовують в концентраційну частину *РзК 11* через витратомір *FIT2* і аналогову заслінку *VGA2*. Низькокиплячі водно-спиртові пари, що містять головні і кінцеві домішки, які не сконденсувалися в дефлегматорах 8 і 9, через витратомір *FIT1* і аналогову заслінку *VGA1* спрямовують у верхню зону концентраційної частини *РзК 11*. Вищевказані витратоміри і заслінки установлені на відповідних парових трубопроводах. Заслінки керуються аналоговим сигналом (*A*), що надходить від контролера. Для подачі неконденсованих парів із сепаратора 1, дефлегматорів 4, 6, 9 і парів *СФ* та *СС* в *РзК 11* різниця тисків в місцях їх відбору і вводу в колону повинна становити 0,1-5 м. вод. ст. Забезпечення такого режиму можливе, наприклад, під час роботи *РзК 11* під розрідженням, для чого в технологічну схему включають вакуум-насос 21, барометричний конденсатор 19 і барометричний ящик 20.

Для проведення гідроселекції на верхню тарілку *РзК 11* із напірного збірника 10 безперервно надходить лютерна вода (*ЛВ*) з температурою 90-95 °С в такій кількості, щоб концентрація спирту в кубовій рідині становила 4-8 % об. В *РзК 11* спиртовмісні пари побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації розділяються на два потоки: верхній, в якому містяться головні (складні естери, альдегіди) і проміжні (вищі спирти *СФ* і *СС*, у тому

числі  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$ ), домішки спирту, та нижній – кубову водно-спиртову суміш, звільнену від головних і проміжних домішок. Верхній потік конденсується в дефлегматорі 13, з якого самопливом надходить в декантатор 14. В декантаторі гетерогенна суміш розшаровується на сивушно-ефіроальдегідний концентрат (*СЕАК*), який відбирають із верхньої частини декантатора, і збагачений водою нижній шар, який спрямовують на верхню тарілку *РзК* 11 у вигляді флегми на зрошення. Нижній шар або флегму попередньо підігрівають теплом *ЛВ* в теплообміннику 15 до температури 90-95 °С, що відповідає температурі на верхній тарілці колони 11, і пропускають через сепаратор 12 для відділення газів. Розшарування суміші в декантаторі 14 відбувається через відсутність етилового спирту у верхньому шарі. Вихід *СЕАК* становить біля 0,4-0,5 % від введеного в *БК* 2 спирту. Кубова водно-спиртова рідина (*КВСП*), звільнена від всіх головних, проміжних і частини кінцевих домішок, безперервно виводиться із нижньої частини *РзК* 11 і подається в бражку або на верхню тарілку *БК* 2.

Технічний результат у використанні винаходу полягає у зменшенні витрати води на охолодження теплообмінного обладнання на 40 %, гріючої пари на вилучення етилового спирту із спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації в розгінній колоні на 30 %, металоємності теплообмінного обладнання і собівартості брагоректифікаційних установок на 20 % в порівнянні з типовими.

*Автори:*

Булій Ю.В.

Дмитрук А.П.

Дмитрук П.А.



## Формула винаходу

Спосіб отримання ректифікованого спирту, що передбачає підігрів бражки водно-спиртовими парами в підігрівачі, звільнення бражки від вуглекислого та інших неконденсованих газів в сепараторі, її перегонку в бражній колоні, подачу бражного дистиляту в епюраційну колону, отримання ешурату, звільненого від головних і частково кінцевих домішок, подачу ешурату в спиртову колону, виділення із ешурату спирту, очистку спирту від проміжних домішок і його концентрування, подачу в концентраційну частину розгінної колони головної фракції, непастеризованого спирту, сивушної фракції та сивушного спирту, на верхню тарілку колони гарячої лютерної води, а в середню частину декантатора флегми із дефлегматора цієї колони, розшарування гетерогенної суміші в декантаторі, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату із верхньої його частини і повернення флегми на зрошення колони із нижньої його частини, подачу кубової рідини розгінної колони в бражку або на верхню тарілку бражної колони, **який відрізняється тим, що** в розгінну колону подають спиртовмісні пари із сепаратора, дефлегматорів бражної, епюраційної та спиртової колон, а також пари сивушної фракції і сивушного спирту, причому для подачі всіх парів різниця тисків в місцях їх відбору і вводу в колону повинна становити 0,1-5 м. вод. ст.

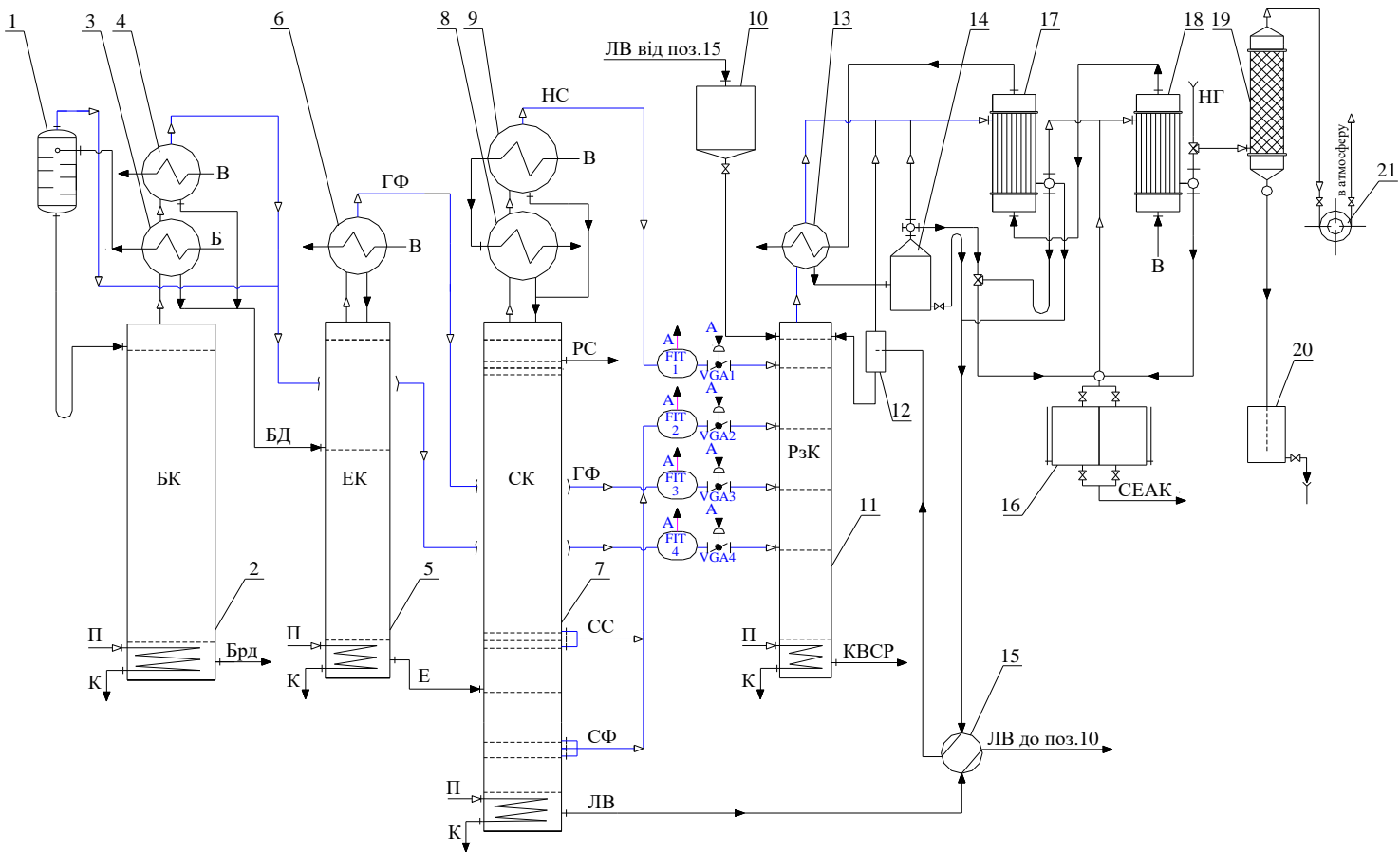
*Автори:*

Булій Ю.В.

Дмитрук А.П.

Дмитрук П.А.

## Спосіб отримання ректифікованого спирту



Автори:

Булій Ю.В.

Дмитрук А.П.

Дмитрук П.А.

## РЕФЕРАТ

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової галузі, і може бути використаний в гідролізній, хімічній, нафтопереробній, фармацевтичній промисловості та у виробництві біоетанолу.

Спосіб отримання ректифікованого спирту передбачає підігрів бражки водно-спиртовими парами в підігрівачі, звільнення бражки від вуглекислого та інших неконденсованих газів в сепараторі, її перегонку в бражній колоні, подачу бражного дистилляту в епюраційну колону, отримання епюрату, звільненого від головних і частково кінцевих домішок, подачу епюрату в спиртову колону, виділення із епюрату спирту, очистку спирту від проміжних домішок і його концентрування, подачу в концентраційну частину розгінної колони головної фракції, непастеризованого спирту, сивушної фракції та сивушного спирту, на верхню тарілку колони гарячої лютерної води, а в середню частину декантатора флегми із дефлегматора цієї колони, розшарування гетерогенної суміші в декантаторі, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату із верхньої його частини і повернення флегми на зрошення колони із нижньої його частини, подачу кубової рідини розгінної колони в бражку або на верхню тарілку бражної колони, Згідно винаходу в розгінну колону подають спиртовмісні пари із сепаратора, дефлегматорів бражної, епюраційної та спиртової колон, а також пари сивушної фракції і сивушного спирту, причому для подачі всіх парів різниця тисків в місцях їх відбору і вводу в колону повинна становити 0,1-5 м. вод. ст.

Технічний результат у використанні винаходу полягає у зменшенні витрати води на охолодження теплообмінного обладнання на 40 %, гріючої пари на вилучення етилового спирту із спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації в розгінній колоні на 30 %, металоємності теплообмінного обладнання і собівартості брагоректифікаційних установок на 20 % в порівнянні з типовими.