

УДК 663.551

**ПЕРЕРАБОТКА СПИРТСОДЕРЖАЩИХ ОТХОДОВ В
РЕЖИМЕ ЦИКЛИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ
PROCESSING OF ALCOHOL-CONTAINING WASTE IN THE
CYCLIC RECTIFICATION MODE**

Ю.В. Булий, А.М. Куц, А.В. Форсюк

**Национальный университет пищевых технологий
г. Киев, Украина**

Аннотация. Разработана и внедрена в производство энергосберегающая технология циклической ректификации, позволяющая перерабатывать спиртосодержащие отходы (головную и сивушную фракции) в одном колонном аппарате. Техническое решение позволяет уменьшить расход греющего пара на 40 %, увеличить степень выделения высших спиртов сивушного масла и метанола на 38 %, повысить кратность концентрирования головных примесей на 25 %, верхних промежуточных примесей на 40 %, а конечных примесей на 37 % за счет увеличения времени контакта жидкости и пара на тарелках. Для реализации технологии в колонном аппарате установлены 30 чешуйчатых тарелок с подвижными сегментами, связанными с приводными механизмами, действие которых выполняется в соответствии с программой контроллера.

Ключевые слова: спиртосодержащие отходы, колонна, массообмен, ректификация, тарелки, примеси.

Abstract. The energy-saving technology of cyclic rectification was developed and introduced into production, which allows to process alcohol-containing waste (head and fusel fractions) in one columnar unit. The technical solution allows to reduce consumption of heating steam by 40 %, to increase the degree of separation of higher alcohols of sea liquor and methanol by 38 %, to increase the multiplicity of concentration of head impurities by 25 %, the upper intermediate impurities by 40 %, and end impurities by 37 % by increasing the contact time of liquid and steam on the plates. To

implement the technology, 30 flake plates with movable segments connected with drive mechanisms are installed in the column apparatus, the action of which is performed according to the controller program.

Keywords: alcohol-containing waste, column, mass transfer, rectification, plates, impurities.

Массообменные колонные аппараты, работающие в стационарном режиме, в процессе разгонки спиртосодержащих фракций не обеспечивают полную очистку этилового спирта от концевых и промежуточных примесей (метилового, изобутилового, н-пропилового, изопропилового спиртов), которые вместе с кубовой жидкостью возвращаются в бражку или попадают в верхнюю зону эapurационной колонны для проведения гидроселекции, накапливаются в эapurате и в последствии негативно влияют на качество товарного спирта. Для повышения выхода ректифицированного спирта и обеспечения его качественных показателей требованиям стандарта брагоректификационные установки оснащают разгонной и сивушной колоннами. Включение дополнительных колонн приводит к значительному увеличению расхода греющего пара. В случае переработки спиртосодержащих отходов в колонне концентрирования примесей удельный расход пара увеличивают на 28,7 % - от 2,56 до 3,59 кг/кг абсолютного алкоголя (а.а.), введенного на питательную тарелку, а количество ступеней контакта увеличивают до 57 тарелок [1].

Для снижения энергозатрат, уменьшения металлоемкости оборудования, его себестоимости и повышения степени очистки этилового спирта от летучих примесей в процессе переработки спиртосодержащих отходов в Национальном университете пищевых технологий (НУПТ) разработана энергосберегающая технология ректификации с контролируемыми циклами массообмена между жидкостью и паром на ступенях контакта [2,3]. Инновационная технология позволяет повысить эффективность массообмена за счет увеличения времени контакта фаз на тарелках до 40-60 с. Проведение глубокой гидроселекции, при которой концентрация этилового спирта в

кубовой жидкости не превышает 4 % об., позволяет увеличить степень выделения и кратность концентрирования верхних промежуточных примесей.

Для реализации технологии сотрудниками НУПТ и ООО «ТИСЭР» разработана и изготовлена экспериментальная колонна диаметром 950 мм с чешуйчатыми тарелками, фрагмент которой показан на рис. 1 [4].



Рис. 1. Фрагмент колонны

В момент открывания переливного отверстия площадь свободного сечения тарелки мгновенно увеличивалась от 2,6 до 51,7 %, скорость пара в барботажных отверстиях уменьшалась до 1,5-1 м/с, и жидкость переливалась через все отверстия.

Целью работы было исследование эффективности разработанной технологии путем сравнения расчетных значений степени извлечения и кратности концентрирования примесей в условиях типовой и циклической ректификации, а также определение удельного расхода пара в процессе переработки спиртосодержащих отходов.

Исследования проводились в производственных условиях Сторонибабского спиртового завода. На тарелку питания разгонной колонны подавали головную фракцию этилового

спирта, погоны из конденсаторов бражной колонны, сепаратора углекислого газа, сивушный спирт и подсивушную промывную воду в количестве 688,3 дм³/ч (250 дм³/ч в пересчете на а.а). Для проведения гидроселекции на верхнюю тарелку подавали конденсат пара в количестве 4000-4500 дм³/ч. При этом концентрация этанола в кубовой водно-спиртовой жидкости не превышала 3,6-3,8 % об. Время задержки жидкости на тарелках равнялось 40 с, время перелива 1-2 с. Давление в нижней части колонны поддерживалось в пределах 1,15-1,20 м. вод. ст., температура изменялась от 100,5 до 101 °С, а температура в паровой фазе над верхней тарелкой от 93,5 до 94 °С. Концентрат примесей отбирали из конденсатора колонны и верхней части декантатора.

Для оценки эффективности технологии анализировали пробы питания (X_n), кубовой жидкости ($X_{куб}$) и концентрата примесей (X_k) методом газовой хроматографии. Для оптимизации процесса разгонки рассчитывали степень извлечения (α) и кратность концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта по формулам:

$$\alpha = \frac{X_n}{X_{куб}}; \beta = \frac{X_k}{X_n}.$$

Расчетные значения (α) и (β) в условиях типовой и циклической ректификации приведены в таблице 1. Ее анализ показал, что в циклическом режиме степень выделения высших спиртов сивушного масла и метанола увеличивается на 38 %, кратность концентрирования головных примесей на 25 %, верхних промежуточных примесей на 40 %, а концевых примесей на 37 %. При этом выход ректифицированного спирта увеличивался на 3,7-3,9 % без снижения его качественных показателей.

Техническое решение позволяет уменьшить удельный расход греющего пара на 40 % (от 25 до 15 кг/дал а.а., вводимого на тарелку питания) в сравнении с типовыми установками. Программное обеспечение стабильно поддерживает работу мехатронных подсистем в соответствии с заданным алгоритмом с помощью микропроцессорного ПЛК М24 и SCADA рабочего места оператора.

**Расчетные значения степени выделения (α) и кратности
концентрирования (β) летучих примесей спирта**

Таблица 1

Наименование примесей	Типовая ректификация		Циклическая ректификация	
	α	β	α	β
<i>Альдегиды</i>	85,4	5,3	113,8	7,2
ацетальдегид	63,7	4,3	86,5	5,8
метилацетат	∞	8,8	∞	11,9
<i>Эстеры</i>	79,7	8163,7	∞	11027
изобутилацетат	57,8	214,7	∞	291,4
изоамилацетат	∞	12,3	∞	16,8
Метанол, %	27,6	9,3	45	14,9
Сивушное масло	89,8	4,1	146,7	6,9
изопропанол	87	10,9	∞	18,7
н-пропанол	17,9	0,005	29,5	0,01
изобутанол	2414,4	10,5	4142,2	17,6
н-бутанол	82,9	1,6	134,1	2,8
изоамилол	3953,2	3,3	4726,2	5,6

Срок окупаемости колонны не превышает 5 месяцев.

Список литературы

1. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія / П.Л. Шиян, В.В. Сосницький, С.Т. Олійнічук. – К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.
2. Патент (UA) 136560 B01D 3/00. Спосіб масообміну між рідиною і паром в колонному апараті / Булій Ю.В., Дмитрук А.П., Дмитрук П.А. – Заявка u201902119. Дата подання заявки 01.03.2019; опубл. 27.08.2019, Бюл. № 16/2019. – 4 с.
3. Патент України 141245 B01D 3/18. Спосіб переливу рідини по тарілках масообмінного колонного апарата / Булій Ю.В., Дмитрук А.П., Дмитрук П.А. – Заявка u201910161. Дата подання заявки 03.10.2019; опубл. 25.03.2020, Бюл. № 6/2020. – 4 с.
4. Патент України 116565. Ректифікаційна колона з керованими циклами / Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук, П.А. Дмитрук. – Заявлено 12.12.16; опубл. 25.05.17, Бюл. № 10. – 5 с.