

ПІДВИЩЕННЯ СТУПЕНЮ ОЧИЩЕННЯ РЕКТИФІКОВАНОГО ЕТИЛОВОГО СПИРТУ ВІД ЛЕТКИХ ДОМІШОК

Вступ. Отримання ректифікованого етилового спирту високої якості можливе при умові більш глибокого вилучення та концентрування летких домішок спирту на тарілках брагоректифікаційних установок. Для цього процеси перегонки бражки і очищення спирту проводять в автоматизованому режимі, використовують закритий обігрів колонного обладнання, збільшують кількість контактних пристроїв: в бражній колоні від 25 до 28-30, епюраційній – від 40 до 51-57, ректифікаційній – від 78 до 88-90, сивушній – від 60 до 80, розгінній – від 40 до 60 тарілок, проводять гідроселекцію домішок в розгінній та епюраційній колонах, збільшують зону пастеризації спирту в ректифікаційній колоні від 3-5 до 10-15 тарілок, брагоректифікаційну установку оснащують додатковою колоною кінцевого очищення, дія якої відбувається в режимі повторної епюрації, масообмінні колонні апарати оснащують барботажно-провальними тарілками циклічної дії та ін. Разом з тим підвищення ступеню вилучення та кратності концентрування домішок потребує збільшених витрат гріючої пари та гарячої пом'якшеної води для проведення гідроселекції.

Теоретичні розробки П.С. Циганкова і П.Л. Шияна доводять, що ступінь розділення органічних домішок та етилового спирту залежить від різниці значень їх коефіцієнтів випаровування. Для головних домішок (естерів та альдегідів) ця різниця приймає максимальні значення за низької концентрації спирту у розчинах - 6...8 % об. Для ефективного видалення проміжних домішок (вищих спиртів) концентрацію етилового спирту у розчинах зменшують до 4...5 % об. Для збільшення коефіцієнтів випаровування кінцевих домішок (метилового спирту) доцільно здійснювати помірну гідроселекцію та забезпечити концентрацію етанолу на тарілках в межах 60 % мол. і вище. Із практичного досвіду сумісної переробки головних та сивушних фракцій відомо, що для підвищення ступеню видалення головних та частини проміжних домішок в розгінній колоні збільшують витрати гріючої пари на 28,7 % (від 2,56 до 3,59 кг/кг а.а.) [1]. З метою отримання більш очищеного від головних та частини проміжних домішок епюрату в останні роки використовують спосіб екстрактивної ректифікації бражного дистиляту. Проведення гідроселекції в епюраційній колоні дозволяє створити умови для підвищення коефіцієнтів ректифікації летких домішок, супровідних спирту, та забезпечити їх максимальне видалення з головною фракцією спирту етилового. За умови отримання спирту «Люкс» або «Пшенична сльоза» мінімальний відбір головної фракції із конденсатора епюраційної колони становить 5 % від кількості ректифікованого спирту. При включенні в схему брагоректифікації розгінної колони її відбір збільшують до 8-10 %. Для підвищення ступеню вилучення летких домішок спирту з головною фракцією проводять гідроселекцію домішок в епюраційній колоні. Для цього на верхню її тарілку безперервно подають гарячу воду в кількості, що забезпечує концентрацію етилового спирту в епюраті 22-29 % об. Для проведення гідроселекції зазвичай використовують пом'якшену воду або конденсат пари з температурою 90...92 °С. Лютерну воду використовують в меншій мірі через значний вміст в ній органічних кислот, які сприяють новоутворенню органічних домішок. З метою зменшення витрат пом'якшеної води або конденсату пари та енерговитрат на нагрівання води до вищевказаної температури за умови високого ступеню очистки кубової водно-спиртової рідини від домішок для проведення гідроселекції останню подають у верхню зону концентраційної частини епюраційної колони.

В умовах високої конкурентоздатності товарного ректифікованого спирту як на внутрішньому, так і на зовнішньому ринках збуту в умовах сьогодення визначальними показниками його якості є концентрація в готовому продукті альдегідів, естерів, сивушного масла, а саме ізопропілового спирту, і метанолу.

Актуальність теми обумовлена визначенням оптимальних технологічних режимів розгонки спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації в розгінній колоні, епюрації бражного дистилляту в епюраційній колоні, концентрування ректифікованого спирту в спиртовій колоні та його повторної епюрації в колоні кінцевого очищення, за яких вміст органічних домішок в готовій продукції буде найменшим.

Матеріали та методи. Методи досліджень — аналітичні, хімічні, фізико-хімічні з використанням приладів та методики досліджень, що застосовуються у виробництві ректифікованого етилового спирту. Концентрацію летких домішок спирту визначали на газовому хроматографі з колонкою HP 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».

Результати та обговорення. Дослідження проводили у виробничих умовах Чуднівської філії ДП «Житомирський лікеро-горілчаний завод». Діюча брагоректифікаційна установка непрямої дії включала типові бражну, епюраційну, спиртову колони, а також розгінну колону циклічної дії, оснащену барботажно-провальними тарілками. Періодичний перелив рідини з тарілки на тарілку відбувався завдяки примусовій роботі переливних пристроїв, що містили рухомі елементи, зв'язані з приводними механізмами (пневмоциліндрами двобічної дії типу DNT 63-100-PPV-N3), які рухались по чергово відповідно до програми контролера M340 фірми «Schneider Electric». Управління мехатронними підсистемами відбувалося сучасними комп'ютерно-інтегрованими засобами [2]. В розгінну колону подавали головну фракцію (ГФ) в кількості 46,5 дм³ абсолютного алкоголю (а.а) на годину із конденсатора епюраційної колони, погони із конденсатора сепаратора CO₂ в кількості 16,7 дм³ а.а/год, із конденсатора бражної колони в кількості 29,2 дм³ а.а/год і сивушний спирт в кількості 7,8 дм³ а.а/год. Загальні витрати погонів живлення становили 125,4 дм³/год або 100,2 дм³/год в перерахунку на а.а. Для гідроселекції головних та частини проміжних домішок на верхню тарілку розгінної колони безперервно подавали конденсат пари. Естеро-сивушний концентрат відбирали з верхньої частини декантатора, альдегідно-метанольний концентрат – із конденсатора колони. Загальна кількість сивушно-естеро-альдегідного концентрату (СЕАК) становила 2,5 дм³/год. Водно-спиртову суміш із нижньої частини декантатора подавали у вигляді флегми на верхню тарілку колони.

Встановлено, що найбільш ефективно звільнення кубової рідини від летких домішок спирту відбувалося за концентрації етилового спирту в рідині 4 % об. При цьому в повній мірі видалялися естери, а ступінь видалення альдегідів і вищих спиртів сивушного масла була максимальною. Фізико-хімічні показники бражного дистилляту (БД), кубової водно-спиртової рідини (КВСП) і СЕАК приведені в таблиці 1.

Таблиця 1 – Фізико-хімічні показники бражного дистилляту, кубової водно-спиртової рідини розгінної колони, концентрату домішок і епюрату

Група домішок	Концентрація, мг/дм ³				
	БД	КВСП	СЕАК	Е1	Е2
етанол, % об.	48,8	4,0	72,5	40,0	26,0
альдегіди	61,4	2,7	90886,9	4,5	1,8
естери	186,4	-	82370,4	1,6	-
метанол, %	0,044	0,13	16,72	0,027	0,010
сивушне масло	18820,0	1212,7	766063,2	7786,3	4492,1
ізопропіловий спирт	4,9	0,07	607,8	4,6	1,2

Для максимального звільнення епюрату від естерів, альдегідів і верхніх проміжних домішок (вищих спиртів сивушного масла) проводили гідроселекцію в епюраційній колоні. Враховуючи ефективну ступінь очищення кубової рідини розгінної колони від домішок з метою зменшення витрат гарячого конденсату на верхню тарілку епюраційної колони безперервно подавали кубову рідину в кількості, що забезпечувала концентрацію етилового спирту в епюраті 26 % об. За таких умов зростала ступінь вилучення і кратність

концентрування цих домішок, в тому числі ізопропілового спирту – домішки, яка є визначальною при оцінці якості готової продукції. Відомо, що концентрація ізопропанолу в ній не повинна перевищувати 1,5 мг/дм³. В ході досліджень встановлено, що проведення подвійної гідроселекції дозволяє зменшити концентрацію ізопропілового і метилового спиртів в епюраті (Е2) на 74 %, сивушного масла на 42,3 % в порівнянні з епюратом (Е1), отриманого без проведення гідроселекції в епюраційній колоні (таблиця 1).

Для визначення оптимального режиму очищення етилового спирту від домішок в процесі його концентрування в спиртовій колоні збільшували зону пастеризації від 5 до 10 тарілок. В ході досліджень відбирали дослідні проби з 3, 5, 7 і 10-ї тарілок, рахуючи зверху, і визначали фізико-хімічні показники ректифікованого спирту хроматографічним методом для встановлення їх відповідності вимогам ДСТУ 4221:2003 для спирту «Люкс» [3].

Встановлено, що кращі показники мав зразок спирту, пробу якого відбирали з 10-ї тарілки, рахуючи зверху. Для підвищення органолептичних показників ректифікованого спирту і зменшення концентрації в ньому метилового спирту в брагоректифікаційну установку була включена додаткова колона кінцевого очищення, дія якої відбувалася в режимі повторної епюрації. Результати хроматографічного аналізу дослідних проб 1 і 2 ректифікованого спирту, що відбирались з 5 і 10-ї тарілок спиртової колони і проби 3, що відбиралась з 4-ї тарілки колони кінцевого очищення, приведені в таблиці 2.

Таблиця 2 – Фізико-хімічні показники ректифікованого спирту, отриманого шляхом відбору з 5, 10-ї тарілок спиртової колони і 4-ї тарілки колони кінцевого очищення

Домішки	Концентрація, мг/дм ³		
	Проба 1	Проба 2	Проба 3
альдегіди	0,31	0,21	0,18
метиловий спирт	0,001	0,0007	0,0003
сивушне масло (ізопропіловий спирт)	1,94	1,65	0,93

Із даних таблиці 2 видно, що показники дослідних проб 1, 2 і 3 відповідали вимогам стандарту [3]. Збільшення зони пастеризації в спиртовій колоні до 10 тарілок за рахунок збільшення загальної їх кількості дозволяє зменшити в товарному спирті концентрацію альдегідів на 32,3 %, метанолу на 30 %, сивушного масла на 15 %. Більш якісний ректифікований етиловий спирт можливо отримати після його додаткового очищення від домішок в колоні кінцевого очищення (проба 3).

Висновок. Для підвищення ступеню очищення ректифікованого етилового спирту від домішок доцільно використовувати колонне обладнання циклічної дії, в кубовій частині розгінної колони забезпечити концентрацію етилового спирту, яка не перевищує 4 % об., останню використовувати для проведення гідроселекції в епюраційній колоні, в спиртовій колоні збільшити зону пастеризації до 10 тарілок. При цьому якісні показники ректифікованого спирту відповідають вимогам стандарту для спирту «Люкс». Для отримання більш очищеного спирту, наприклад, «Пшенична сльоза», в технологічну схему доцільно включати колону кінцевого очищення, дія якої відбувається в режимі повторної епюрації. У всіх випадках необхідно забезпечити контроль технологічних параметрів і роботу технологічного обладнання в заданому автоматизованому режимі.

Література.

1. 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.
2. Патент України 137555 В01D 3/00. Спосіб вилучення етилового спирту із головних та сивушних фракцій / Булій Ю.В., Дмитрук А.П., Дмитрук П.А. – Заявлено 17.04.19; Опубл. 25.10.19. Бюл. № 20/2019. – 8 с.
3. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.

Булій Ю.В., Куц А.М., НУХТ, Форсюк А.В., м. Київ, Україна

Підвищення ступеню очищення ректифікованого етилового спирту від летких домішок.