

ЕНЕРГОЗБЕРІГАЮЧА ТЕХНОЛОГІЯ РЕКТИФІКОВАНОГО ЕТИЛОВОГО СПИРТУ ПІДВИЩЕНОЇ ЯКОСТІ

Вступ. В умовах високої конкуренції харчової продукції як на внутрішньому, так і на зовнішньому ринках та невпинного зростання вартості енергоносіїв розробка і впровадження на вітчизняних спиртових заводах енергозберігаючих технологій ректифікованого етилового спирту і способів підвищення ступеню його очищення від летких органічних домішок набуває першочергового значення. Технологічний та енергетичний аудит, проведений Державним концерном «Укрспирт» з залученням наукових установ показав, що значна кількість спиртових заводів і в теперішній час використовує енергоємне фізично і морально застаріле технологічне обладнання та застарілі енерго- і ресурсоощадні технології, використання яких не дозволяє зменшити питомі витрати гріючої пари в брагоректифікаційних установках нижче 35-40 кг/дал від абсолютного алкоголю (а.а) бражки. 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.). Для підвищення ступеню вилучення летких домішок спирту з головною фракцією в процесі гідроселекції витрати пари в епіюраційній колоні збільшують до 15 кг/дал а.а, введеного на тарілку живлення [1].

При входженні до загальноєвропейського ринку спиртова галузь України повинна витримати конкурентну боротьбу з закордонними виробниками. Для вирішення цієї актуальної проблеми відносно новим підходом є використання технології циклічної ректифікації. Питанням енергозбереження, підвищення ефективності масообміну на тарілках циклічної дії присвячена велика кількість наукових праць видатних вчених [2]. Пілотні випробування експериментальних ректифікаційних колон циклічної дії довели можливість зменшення питомої витрати гріючої пари до 40 % в порівнянні з типовими, дія яких відбувається у стаціонарному режимі. Здійснення контрольованих циклів затримки і переливу рідини дозволяє подовжити час її контакту з паром, створити умови для досягнення стану фаз, близького до рівноважного, а також наблизити ефективність кожної реальної тарілки до ефективності теоретичної. Незважаючи на отримані позитивні результати щодо зменшення енерговитрат, відомі способи і установки циклічної дії не знайшли широкого практичного застосування через відсутність масообміну в паровий період, залежність роботи переливних пристроїв від тиску пари, коливання тиску пари в колекторі, неможливість стабілізації гідродинамічного режиму роботи тарілок, перемішування рідини на суміжних тарілках під час її переливу, низьку пропускну здатність колони по парі і рідині та складність конструктивних рішень.

Авторами запропонована удосконалена технологія циклічної ректифікації, яка виключає вищевказані недоліки і передбачає періодичний перелив рідини з тарілки на тарілку за безперервної подачі в ректифікаційну колону потоків живлення і гріючої пари [3]. Для реалізації технології була розроблена конструкція колони, оснащеної провальними тарілками із змінним вільним перерізом [4]. Для стабільної роботи тарілок в колоні підтримувались гідродинамічні режими, які забезпечували ефективний масообмін між рідиною і паром без бризковиносу рідини на верхні тарілки в період затримки рідини та інтенсивний її перелив через переливний і барботаажні отвори після закінчення часу затримки.

Актуальність теми обумовлена визначенням оптимальних технологічних режимів ефективності масообміну між рідиною і паром в розгінній колоні циклічної дії: гідродинамічних режимів для лускоподібних тарілок; розрахунок ступеню вилучення і кратності концентрування летких домішок спирту в процесі розгонки спиртовмісних фракцій; встановлення питомої витрати гріючої пари в дослідній колоні.

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 Сторонибабського МПД ДП «Укрспирт». В схему існуючої брагоректифікаційної установки була включена експериментальна розгінна колона діаметром 950 мм. Для реалізації запропонованого способу колона була оснащена лускоподібними тарілками з поворотними сегментами в кількості 30 шт., які були з'єднані з мікропроцесорною пневматикою фірми FESTO (стандартними пневмоциліндрами двобічної дії типу DNT 63-50-PPV-A). Пневмоциліндри рухались по чергово відповідно до програми контролера M340 фірми «Schneider Electric». Поворотні сегменти відкривали та закривали переливні отвори тарілок згідно заданого алгоритму таким чином, що перелив рідини відбувався періодично зверху до низу по висоті колони за безперервної подачі в кубову її частину гріючої пари. Коаксіальне розташування лусок дозволяло виключити односпрямованість потоків пари і рідини, а також можливість утворення застійних зон.

На тарілку живлення розгінної колони подавали головну фракцію спирту етилового, погони із конденсаторів бражної колони і сепаратора вуглекислого газу, сивушний спирт і підсивушну промивну воду в загальній кількості 688,3 дм³/год (250 дм³/год в перерахунку на а.а.). Розгонку спиртовмісних фракцій здійснювали в умовах помірної і глибокої гідроселекції. Для цього на верхню тарілку колони подавали конденсат пари, температура якого становила 90–92 °С. Витрати конденсату змінювали від 2000 до 4500 м³/год.; концентрація етилового спирту в кубовій рідині змінювалась від 2,8 до 8 % об. В залежності від навантаження по рідині час перебування рідини на тарілках змінювали від 20 до 60 с, час її переливу – від 7 до 1,7 с. Висота шару рідини на тарілках становила 35–40 мм. Тиск в нижній частині колони змінювали в межах 12–18 кПа. Враховуючи те, що для лускоподібних тарілок нижня критична швидкість пари в отворах, за якої припиняється провал рідини, становить 6,5–7,5 м/с, а верхня критична швидкість пари, за якої розпочинається бризковиніс, становить 15–16 м/с, швидкість пари в отворах лусок в період затримки рідини на тарілках забезпечували в межах 12–14 м/с. Інтенсивний перелив рідини через всі отвори відбувався за швидкості пари в отворах лусок 1,5–1 м/с. Для забезпечення контрольованих циклів площа вільного перерізу тарілок миттєво змінювалась від 5,5 до 51,7 %. Звільнену від домішок кубову водно-спиртову рідину подавали на верхню тарілку епіюраційної колони. Альдегідно–метанольний концентрат із конденсатора і сивушно–естерор–альдегідний концентрат із верхньої частини декантатора відбирали в збірник для концентрату домішок.

За критерій оптимізації роботи розгінної колони приймали концентрацію в її кубовій рідині і ректифікованому спирті ацетальдегіду, вищих спиртів сивушного масла (у тому числі ізопропілового спирту) і метанолу. Визначальними показниками ефективності масообміну між рідиною і парою слугували ступінь вилучення і кратність концентрування в дослідній колоні летких домішок спирту.

Оптимальними технологічними параметрами роботи розгінної колони були наступні:

- час затримки рідини на тарілках – 40 с;
- час переливу рідини з верхньої тарілки на нижню – 1,7 с;
- тиск в кубовій частині колони – 11,5...12 кПа;
- тиск у верхній частині колони – до 0,03 кПа;
- температура в кубовій частині – 100,5...101,5 °С;
- температура в паровій фазі над верхньою тарілкою – 93,5...94 °С;
- температура в паровій фазі над тарілкою живлення – 93,2...94 °С;
- температура води на гідроселекцію – 90–92 °С;
- температура гетерогенної суміші в декантаторі – 30...35 °С;

- витрати води на гідроселекцію – 4050...4100 дм³/год;
- температура води на охолодження після дефлегматора – 65...67° С;
- концентрація етилового спирту в кубовій рідині – 3...4 % об..

Для визначення ступеню вилучення (α) і кратності концентрування (β) летких домішок відбирали дослідні проби живлення, кубової рідини і концентрату домішок, після чого проводили їх хроматографічні аналізи. Розрахункові значення (α) і (β) під час роботи експериментальної розгінної колони в заданому гідродинамічному режимі і вищевказаних оптимальних технологічних параметрах приведені в таблиці 1.

Таблиця 1 – Розрахункові значення ступеню вилучення (α) і кратності концентрування (β) летких домішок спирту

Найменування домішок	Типова ректифікація		Циклічна ректифікація	
	α	β	α	β
Альдегіди	85,4	5,3	113,8	7,2
ацетальдегід	63,7	4,3	86,5	5,8
метилацетат	∞	8,8	∞	11,9
Естери	79,7	8163,7	∞	11027
ізобутилацетат	57,8	214,7	∞	291,4
ізоамілацетат	∞	12,3	∞	16,8
Метанол	27,6	9,3	45	14,9
Сивушне масло	89,8	4,1	146,7	6,9
ізопропанол	87	10,9	∞	18,7
н-пропанол	17,9	0,005	29,5	0,01
ізобутанол	2414,4	10,5	4142,2	17,6
н-бутанол	82,9	1,6	134,1	2,8
ізоамілол	3953,2	3,3	4726,2	5,6

Із наведених в таблиці результатів видно, що подовження часу затримки рідини на тарілках до 40 с дозволило забезпечити повне видалення естерів, метилацетату та ізопропілового спирту, збільшити ступінь вилучення вищих спиртів сивушного масла і метанолу на 38 %, кратність концентрування альдегідів — на 25 %, вищих спиртів — на 38 %, метанолу — на 37 %. При цьому питома витрата гріючої пари на розгонку спиртовмісних фракцій зменшилась на 40 % (від 25 до 14,5 кг а.а., введеного на тарілку живлення).

Розроблено математичну модель процесу циклічної ректифікації з контрольованими у часі циклами затримки рідини на тарілках для підвищення якості керування об'єктами з розподіленими параметрами.

Висновок. Запропоновані авторами удосконалена технологія циклічної ректифікації і конструкція ректифікаційної колони для її реалізації дозволяють зменшити енерговитрати в брагоректифікаційній установці на 40 %. Подовження часу контакту пари і рідини на тарілках до 40 с дозволяє збільшити ступінь вилучення і кратність концентрування летких домішок спирту на 25–38 % і отримати ректифікований етиловий спирт підвищеної якості.

Література.

1. Українець, А. І., Шиян П.Л., Сосницький В.В. Перспективні напрямки енергозбереження в спиртовому виробництві. Харчова і переробна промисловість. 2006. № 4. С. 4-12.
 2. Kiss A. Cyclic distillation – Design, control and applications. Separation and Purification Technology. 2014. Vol. 125. P. 326–336.
 3. Спосіб масообміну між рідиною і парою в колонному апараті: пат. 136560 Україна: МПК В01D 3/00. № u 201902119; заявл. 01.03.19; опубл. 27.08.19. Бюл. № 16/2019. 4 с.
 4. Масообмінна контактна тарілка: пат. 136561 Україна: МПК В01D 3/00, В01D 3/30. № u 201902122; заявл. 01.03.19; опубл. 27.08.19. Бюл. № 16/2019. 4 с.
- Булій Ю.В., Куц А.М., Форсюк А.В., Юрик І.І., НУХТ, м. Київ, Україна
Енергозберігаюча технологія ректифікованого етилового спирту підвищеної якості.