

УДК 663.551

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ ОЧИСТКИ ЭТИЛОВОГО СПИРТА ОТ ЛЕТУЧИХ ПРИМЕСЕЙ

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

При взаимодействии парового и жидкостного потоков на тарелках ректификационных колонн происходит диффузия легколетучих компонентов из жидкости в пар и труднолетучих компонентов из пара в жидкость. Определяющим показателем эффективности процесса ректификации является коэффициент полезного действия (КПД) контактных устройств. От их конструкции зависит интенсивность протекания процесса массообмена, степень достижения фазового равновесия между жидкостью и паром. Технологические расчеты ректификационных колонн допускают мгновенный перенос летучих компонентов пара и жидкости, не учитывая время контакта фаз. Для осуществления массообмена важным условием является достаточный для массопереноса промежуток времени пребывания жидкости на тарелке, который носит экспериментальный характер. Существует предел, ниже которого время контакта жидкости и пара недостаточно для достижения фазового равновесия, поэтому КПД известных контактных устройств не превышают 0,4...0,6 [1].

Для повышения эффективности межфазового контакта нами была разработана технология ректификации, которая предусматривает проведение управляемых циклов задержки жидкости на тарелках колонного аппарата и синхронного ее перелива с тарелки на тарелку по всей высоте колонны в два последовательных этапа, повторяющихся периодически в соответствии с заданным алгоритмом [2].

Целью работы было исследование эффективности предлагаемой технологии в производственных условиях, обоснование целесообразности ее применения в процессе разгонки побочных продуктов и полупродуктов брагоректификации: определение степени извлечения и кратности концентрирования ключевых органических примесей спирта в условиях умеренной и глубокой гидроселекции, эффективности межфазового контакта в зависимости от времени пребывания жидкости на тарелках разгонной колонны, расчет удельного расхода пара.

Экспериментальные исследования проводились в производственных условиях Чудновского филиала ДП «Житомирский ликеро-водочный завод». Разгонная колонна (РК) была оборудована подвижными переливными устройствами, связанными с приводными механизмами (пневмоцилиндрами). Работа устройств осуществлялась принудительно в соответствии с заданным алгоритмом независимо от режима подачи греющего пара и его давления. Время задержки и время перелива жидкости задавались в соответствии с программой контроллера. Колонна диаметром 426 мм, высотой 11300 мм и весом 2200 кг имела 30 контактных устройств, расстояние между которыми составляло 300 мм. Все конструктивные элементы РК были выполнены из нержавеющей пищевой стали марки 12х18н10т.

На рис.1 представлен продольный разрез РК. Колонна содержит корпус 1, тарелки 2 с контактными элементами 7 и переливными трубами 5. На подвижных тягах 3 и 8, соединенных с пневмоцилиндрами, закреплены клапаны 4 таким образом, что одни из них расположены на непарных, а другие – на парных тарелках. Клапаны 4 поочередно закрывают и открывают переливные отверстия в зависимости от работы пневмоцилиндров.

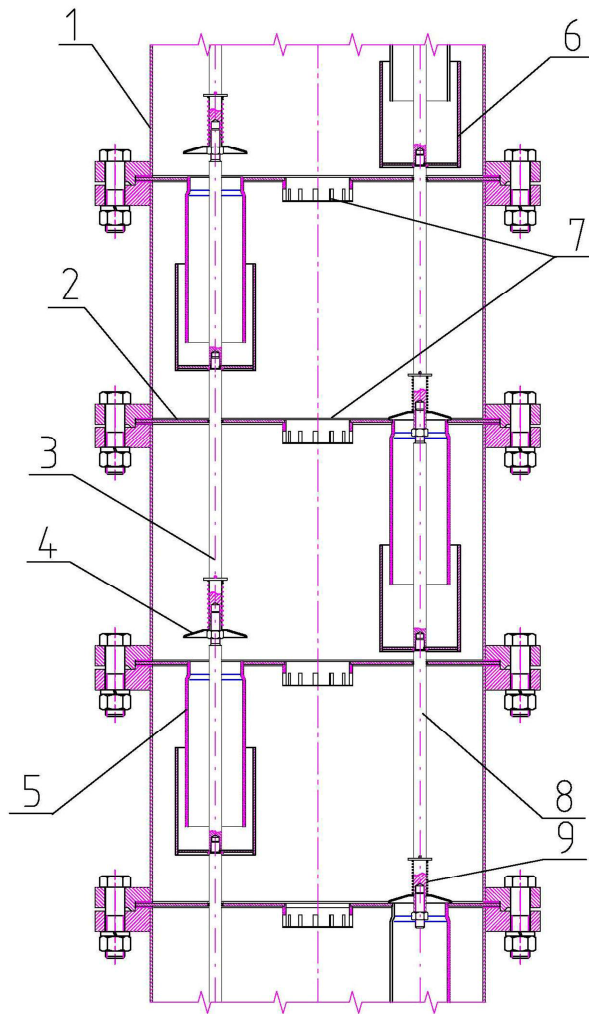


Рис.1. Разгонная колонна с управляемыми циклами задержки и перелива жидкости.

На тягах неподвижно закреплены стаканы 6. При движении тяги вверх или вниз переливные трубы 5 остаются вставленными в соответствующие стаканы в большей или меньшей степени. Переливные трубы вместе с стаканами образуют переливные устройства. Их конструкция предотвращает прорыв пара через отверстия переливных труб в период перелива жидкости, поскольку стаканы всегда заполнены жидкостью и выполняют роль гидрозатворов. Пневмоцилиндры приводят тяги в движение вверх и вниз поочередно через заданный промежуток времени в соответствии с программой контроллера. После поднятия тяги 3 в

верхнее положение клапаны 4, расположенные на непарных тарелках колонны, синхронно поднимаются на заданную высоту, открывая при этом соответствующие отверстия непарных тарелок, и жидкость переливается с каждой непарной на каждую парную ниже расположенную тарелку по всей высоте колонны. После окончания перелива приводной механизм возвращает тягу 3 в исходное положение, в котором клапаны 4 перекрывают переливные отверстия непарных тарелок. Для предотвращения протекания жидкости клапаны поджимаются пружинами 9. Через заданный промежуток времени поднимается тяга 8 с закрепленными на ней клапанами, открываются соответствующие отверстия парных тарелок, и происходит синхронный перелив жидкости с парных на непарные тарелки. Таким образом осуществлялся один рабочий цикл массообмена. Технологическая схема включения РК в систему ректификации отвечала требованиям нормативно-технической документации [3]. Мнемосхема автоматизированного управления работой РК приведена на рис. 2.

Для проведения гидроселекции на верхнюю тарелку РК подавали горячую умягченную воду. Головную фракцию этилового спирта (ГФ) и спиртосодержащие фракции перед подачей на тарелку питания подогревались теплом лютерной воды в пластинчатых теплообменниках. Кубовая водно-спиртовая жидкость самотеком поступала в сборник бражки. Учет погонов, гидроселекционной воды и образовавшегося эстери-сивушного концентрата (КЭС) осуществлялся с помощью соответствующих ротаметров. Управление автоматическими клапанами и работой пневмоцилиндров, контроль технологических параметров (температуры, давления) выполнялся с помощью автоматических датчиков, сигнал от которых передавался на микропроцессорный

контроллер.

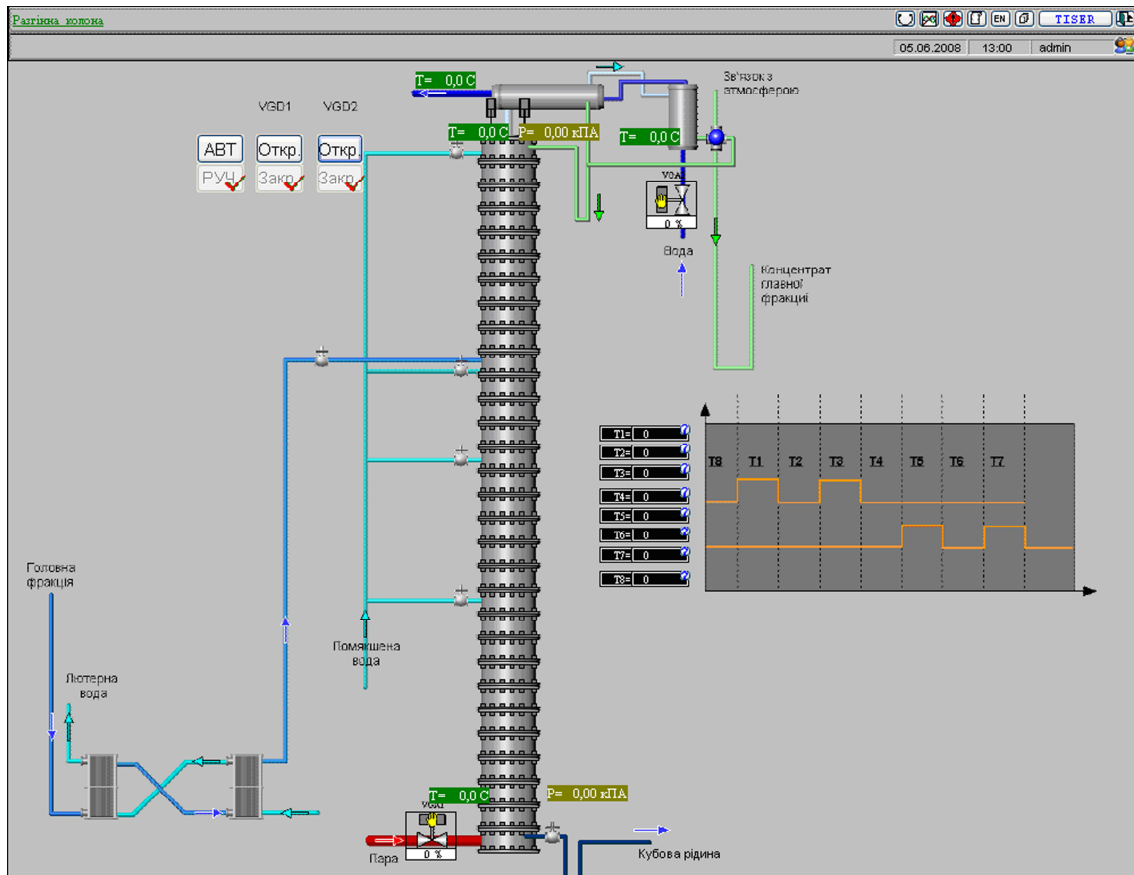


Рис.2. Мнемосхема включения РК в режиме управляемой ректификации.

На первом этапе исследований проводили разгонку ГФ этилового спирта. Показатели ГФ отвечали требованиям нормативно-технической документации [4]. Содержание этилового спирта в ГФ составляло 94,4...95,5 % об., массовая доля альдегидов в пересчете на уксусный альдегид составляла 9,3...9,4 г/дм³ безводного спирта (б.с.), концентрация кислот в пересчете на уксусную кислоту 0,7...0,8 г/дм³ б.с., эфиров в пересчете на уксусно-этиловый эфир 28,3...28,4 г/дм³ б.с., высших спиртов (сивушного масла) 1,5 г/дм³ б.с., метилового спирта 1,5 % об. ГФ подавали на 20-ю тарелку РК в количестве 10 % от спирта, поступающего с бражкой. Давление в кубовой части колонны равнялось 30 кПа, в верхней ее

части 2...5 кПа, температура кубовой жидкости - 95°C, в паровом пространстве над верхней тарелкой - 80°C. Температура воды на охлаждение на входе в конденсатор равнялась 15°C, на выходе после дефлегматора - 65°C, ее расход составлял 1060 дм³/час. Рабочий цикл процесса массообмена включал время пребывания жидкости на парных (Т₂, Т₄) и непарных (Т₆, Т₈) тарелках, время перелива жидкости с парных на непарные (Т₁, Т₃) и с непарных на парные (Т₅, Т₇) тарелки и равнялся 40 с. Для контакта фаз жидкость принудительно задерживали на тарелках колонны на 13 с., заданное время ее перелива равнялось 7 с. По ходу исследований отбор КЭС уменьшали от 1,5 до 0,2 %, контролируя при этом качество ректификованного спирта. Для исследований отбирали пробы кубовой жидкости с 6, 11, 17, 21, 25-й тарелок РК, флегмы из дефлегматора и КЭС из конденсатора колонны. Каждую серию опытов проводили в трехкратной повторности. Определяющими выбирались средние величины. Результаты хроматографического анализа исследуемых проб приведены в таблице 1. Их анализ показал, что в процессе разгонки ГФ в режиме управляемых циклов ректификации промежуточные и концевые органические примеси имели ярко выраженный характер головных. В полной степени извлекались кротоновый альдегид и эстеры. Вместе с головными примесями эффективно выделялись метиловый спирт, спирты сивушного масла (н-пропанол, изобутанол, изопентанол), изопропиловый спирт, этилбутират – примеси, которые в небольших количествах в значительной степени ухудшают органолептические показатели товарной продукции. Установлено, что снижение отбора КЭС до 0,23...0,27 % от абсолютного алкоголя (а.а.) бражки не влияет на качество ректификованного спирта. На втором этапе исследований на тарелку питания РК

вместе с ГФ направляли побочные полупродукты брагоректификации – погоны из конденсаторов бражной колонны, сепаратора CO₂ и сивушный спирт в количестве 96 дм³/час в пересчете на а.а.

Распределение ключевых органических примесей спирта по высоте РК

Таблица 1

Название примеси	Концентрация, мг/дм ³							
	Кубовая жидкость	Номер тарелки					Флегма	КЭС
		6	11	17	21	25		
ацетальдегид	0,445	0,211	1,985	3,978	22,309	23,963	1358,53	2046,238
альдегиды	0,445	0,211	1,985	3,978	22,309	23,963	1358,53	2046,238
этилацетат	следы	следы	следы	0,97	83,426	137,665	13247,4	16242,80
этилбутират	следы	следы	следы	следы	8,711	12,462	46,218	44,755
эстеры	следы	следы	следы	0,97	137,665	83,426	13293,6	16287,50
метанол, %об.	0,017	0,054	0,102	0,135	0,173	0,189	4,206	1,013
изопропанол	0,742	0,75	0,834	1,101	1,545	2,127	26,537	31,242
н-пропанол	88,274	347,984	349,415	403,845	521,828	618,483	1358,02	2062,657
изобутанол	6,665	56,218	64,631	77,882	93,424	130,968	1766,78	2432,188
изопентанол	8,276	36,948	46,413	46,703	71,953	138,236	999,87	1642,609
сивушное масло	103,957	441,9	460,542	529,531	688,75	889,814	4151,21	6168,696
кродоновый альдегид	следы	следы	следы	следы	следы	следы	8,80	13,50

Разделение многокомпонентной смеси проводили в условиях умеренной и глубокой гидроселекции примесей, изменяя расход умягченной воды таким образом, что в первом случае концентрация этанола в кубовой жидкости составляла 17 % об., во втором – 11 % об. Для проведения хроматографического

анализа отбирали опытные пробы кубовой жидкости, флегмы и КЭС. Результаты анализа исследуемых проб представлены в таблице 2.

Распределение ключевых примесей спирта в условиях умеренной и глубокой гидроселекции

Таблица 2

Название примеси, мг/дм ³	Концентрация в условиях умеренной гидроселекции, мг/дм ³			Концентрация в условиях глубокой гидроселекции, мг/дм ³		
	кубовая жидкость	флегма	КЭС	кубовая жидкость	флегма	КЭС
этиловый спирт (видимая конц.), % об.	17,0	70,0	82,0	11,0	68,0	77,0
альдегиды:	8,01	4683,1	7937,5	3,03	11415,8	13937,46
ацетальдегид	3,63	4461,9	7718,2	3,03	8790,1	9411,81
метилацетат	4,38	231,2	219,3	следы	2625,7	4525,65
эстеры:	10,45	13428,23	15204,7	7,772	25782,9	28525,7
этилбутират	10,45	263,74	236,06	следы	397,7	385,57
изобутилацетат	следы	52,89	48,17	следы	95,76	104,380
изоамилацетат	следы	1111,7	1144,98	следы	1153,86	1189,69
этилацетат	7,772	11999,9	13745,49	следы	24135,5	26846,06
метанол, %об.	0,017	8,386	1,595	0,083	5,332	1,290
сивушное масло:	4455,7	32040,4	29429,76	794,8	72107,0	63992,29
изопропанол	3,013	15,788	17,565	0,875	28,411	32,217
н-пропанол	311,9	4795,01	4660,93	271,1	5792,0	5966,9
изобутанол	770,47	15561,2	14109,39	75,29	42460	38280,0
н-бутанол	11,717	30,280	29,293	1,723	43,8	44,232
изоамиловый спирт	1607,4	11653,9	10630,14	445,8	23811,0	19623,48
н-пентанол	следы	сліди	сліди	следы	60,276	75,47
нетиповые:	следы	540,55	598,80	следы	2299,09	2399,87
ацетон	следы	442,15	487,37	следы	1382,48	1424,76
акролеин	следы	24,98	40,39	следы	811,68	836,79
2-бутанон	следы	49,66	45,41	следы	49,69	85,95
бутилформиат	следы	9,97	17,21	следы	14,42	19,54
кетоновый альдегид	следы	13,79	8,31	следы	40,82	32,36
этиловый эстер	следы	следы	0,11	следы	следы	0,47

При большем расходе воды время задержки жидкости на тарелках колонны сокращали от 10 до 7 с. При этом уровень жидкости на тарелках и пропускная

способность пара и жидкости оставались без изменений (высота слоя жидкости равнялась 35 мм). Анализ полученных результатов показал, что в условиях управляемых циклов ректификации независимо от степени гидроселекции в процессе разгонки в полной мере извлекаются изобутилацетат, изоамилацетат, н-пентанол, ацетон, акролеин, 2-бутанон, бутилформиат, кротоновый альдегид и этиловый эфир. Экспериментально доказано, что в условиях умеренной гидроселекции в меньшей степени выделяются этилбутират, этилацетат, высшие спирты и изопропанол. Проведение глубокой гидроселекции позволило снизить в кубовой жидкости концентрацию альдегидов на 62,2 %, эстеров на 26,1 %, сивушного масла на 82,2 %, изопропилового спирта на 71,0 %, в полном объеме удалить этилбутират, изобутилацетат, изоамилацетат, этилацетат, увеличить содержание в образовавшемся КЭС альдегидов на 43,0 %, эстеров на 46,7 %, сивушного масла на 54,0 %. Метиловый спирт в большей мере выделялся в условиях умеренной гидроселекции. Расход греющего пара определяли, исходя из теплового баланса по расходу воды на охлаждение и ее температуре на входе в конденсатор и выходе из дефлегматора РК. Установлено, что применение технологии управляемых циклов ректификации для извлечения этанола из побочных продуктов и полупродуктов брагоректификации позволяет снизить расход греющего пара на 40 % (с 20 до 11...13 кг/дал а.а., введенного в РК). При

включении РК в работу выход ректифицированного этилового спирта увеличивался на 3,5...3.7 %, при этом его показатели соответствовали нормативным для спирта «Люкс», а показатели КЭС - требованиям технических условий [5,6].

ЛИТЕРАТУРА

1. Технологія спирту / В.О.Маринченко, В.А.Домарецький, П.Л.Шиян та ін. – Вінниця.: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.
2. Дмитрук А.П., Черняховский И.Б., Дмитрук П.А., Булий Ю.В. Патент RU на изобретение № 2372965 «Способ перелива жидкости по тарелкам колонного аппарата в процессе массообмена между паром и жидкостью». - Оpubл. 20.11.2009, Бюл. № 32.
3. Технологічний регламент переробки головних і сивушних фракцій в процесі брагоректифікації (ТР 30219014-005-2005). – К., 2005.-123 с.
4. Фракція головна етилового спирту. Технічні умови ТУ У 18.401-97.
5. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.
6. Технічні умови України. Концентрат естери-сивушний ТУ У 24.6-30219014-004: 2005. - 17 с.

АННОТАЦІЯ

Експериментально обоснована целесообразность внедрения в производство технологии ректификации в режиме управляемых циклов задержки и перелива жидкости; исследованы степень извлечения и кратность концентрирования ключевых органических примесей спирта в условиях умеренной и глубокой

гидроселекции; установлено, что применение технологии управляемой ректификации позволяет сократить расход греющего пара на 40 %.

Ключевые слова: ректификация, фазовое равновесие, управляемые циклы, массообмен, гидроселекция, переливные устройства.

Ю.В. БУЛІЙ, П.Л. ШИЯН, А.П. ДМИТРУК

ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ТЕХНОЛОГІЇ ОЧИСТКИ ЕТИЛОВОГО СПИРТУ ВІД ЛЕТКИХ ДОМІШОК

Експериментально обґрунтовано доцільність впровадження у виробництво технології ректифікації в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини; досліджено ступінь вилучення і кратність концентрування ключових органічних домішок спирту в умовах помірної та глибокої гідроселекції; доведено, що використання технології керованої ректифікації дозволяє понизити витрати греючої пари на 40 %.

Ключові слова: ректифікація, фазова рівновага, керовані цикли, масообмін, гідроселекція, переливні пристрої.

Y.V. BULIY, P.L. SHIYAN, A.P. DMITRUK

PRODUCTION TESTS OF TECHNOLOGY OF THE GUIDED RECTIFICATION

Experimentally grounded expedience of applying in industry of technology of rectification in the mode of the guided delay and flowing of liquid loops; investigational degree of exception and multipleness of concentration of key organic admixtures of

alcohol in the conditions of moderate and deep of selection by water. It is well-proven that at moderate of selection by water in a less measure retire etilbutirat, etilacetat, alcohols of fusel oil and_izopropanol.The leadthrough of deep of selection by water allows to reduce in a deep blue liquid the concentration of aldehydes on 62,2 %, esteras on 26,1 %, higher alcohols of fusel oil on 82,2 %, izopropanol on 71,0 %, in a complete measure to withdraw etilbutirat, izobutilacetat, izoamilacetat, ethyl-acetate, to increase multipleness of concentration of aldehydes on 43,0 %, esteras on 46,7 %, alcohols of fusel oil on 54,0 %. Thus the charges of warming pair on the process of extract rectification diminish on 40 % and make 11-13 kg/dal that enters column.

Key words: rectification, phase equilibrium, guided cycles, mass-transfer, selection by water , flowing devices.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Булий Ю.В. Интенсификация технологии очистки этилового спирта от летучих примесей [Текст] / Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук // журн. «Производство спирта и ликероводочных изделий». – 2012. - №4.