

УДК 663.551

**Ю.В. Булій**, канд. техн. наук

**П.Л. Шиян**, д-р техн. наук

*Національний університет харчових технологій*

**П.А. Дмитрук**

*ТОВ «Техінсервіс-процес»*

**В.В. Пятецький**, головний інженер

**А.Л. Данилюк**, начальник спиртового цеху

*Чуднівська філія ДП «Житомирський лікєро-горілчаний завод»*

## **Із досвіду експлуатації розгінних колон в режимі керованих циклів ректифікації**

*Наведено результати досліджень ефективності вилучення етилового спирту з фракцій, збагачених леткими органічними домішками в режимі керованих циклів ректифікації в залежності від зміни зон введення живлення в розгінну колону. Експериментально встановлені оптимальні умови для максимального звільнення кубового залишку від ключових домішок спирту.*

**Ключові слова:** *керована ректифікація, головна фракція, спиртовмісні погони, гідроселекція, розгінна колона.*

**В** умовах зростаючих цін на енергоносії розробка і впровадження інноваційних енергозберігаючих технологій, що забезпечують зменшення побічних продуктів та відходів виробництва, є першочерговим завданням, актуальним для спиртової промисловості. Резервом збільшення виходу ректифікованого етилового спирту є його вилучення із спиртовмісних відходів. Суть способу полягає в тому, що брагоректифікаційна установка (БРУ) додатково оснащується розгінною колоною (РК). Її включення дозволяє збільшити вихід ректифікованого спирту з 94...96 до 98...98,5 % від спирту, введеного з бражкою, здійснювати подвійну гідроселекцію домішок в розгінній

© Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук, А.І., В.В. Пятецький, А.Л. Данилюк, 2012 р.

та епюраційній колонах, в більшій мірі видаляти леткі органічні домішки із епюрату за рахунок зменшення концентрації етанолу по тарілках епюраційної колони та підвищеного відбору ГФ з її конденсатору [1]. Багаторічна практика експлуатації розгінних колон дозволила узагальнити досвід переробки ГФ і створити раціональні технологічні схеми їх включення до типових (БРУ). Для вилучення спирту із фракцій, збагачених органічними домішками, на тарілку живлення РК направляють спиртовмісні фракції зі спиртовловлювачів, конденсаторів бражної, епюраційної та спиртової колон, конденсатору сепаратора CO<sub>2</sub>, сивушний спирт і підсивушну промивну воду. Відомі технологічні схеми, відповідно до яких потоки живлення розподіляють у різні зони РК в залежності від леткості органічних домішок; відбір концентрату головних домішок здійснюють з конденсатору, а концентрату проміжних домішок із рідинної фази тарілки, розташованої над точкою вводу води на гідроселекцію [2,3]. Для гідроселекції використовують гарячу пом'якшену воду, температура якої є близькою до температури у верхній частині колони. Використання лютерної води, яка містить значну кількість органічних кислот, викликає новоутворення в колоні додаткових домішок, що призводить до збільшення спиртовмісних відходів виробництва. Кількість естери-сивушного концентрату (КЕС), утвореного в процесі екстрактивної ректифікації, залежить від складу легкої частини бражки і складає 0,05...0,5 % від абсолютного алкоголю бражки. Його показники повинні відповідати вимогам нормативно-технічної документації [4].

В умовах виробництва в процесі розгонки спиртовмісних погонів типові БРУ не забезпечують ефективного вилучення спирту із фракцій, збагачених кінцевими та проміжними домішками (метиловим, ізобутиловим та н-пропіловим спиртами), які разом з кубовою рідиною повертаються до циклу ректифікації і негативно впливають на якість товарного спирту. Нами запропонована технологія ректифікації, що відбувається в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини, яка дозволяє підвищити ступінь вилучення та кратність концентрування органічних домішок, що утворюються на всіх

стадіях технологічного процесу. Інноваційна технологія передбачає керовані цикли затримки рідини на тарілках РК на визначений термін часу для підвищення ефективності міжфазового контакту та її синхронний перелив з тарілки на тарілку у два послідовних етапи, які повторюються періодично у часі почергово: на першому етапі рідина переливається з кожної непарної тарілки на кожен наступну парну за порядком розташування тарілку, на другому етапі - з кожної парної тарілки на кожен наступну непарну тарілку. При цьому гріючу пару та живлення подають в РК безперервно, а робота переливних пристроїв здійснюється за заданим алгоритмом відповідно до програми контролера [5].

Відомо, що ступінь видалення органічних домішок залежить від співвідношення рідинного та парового потоків ( $L/G$ ), а також від концентрації етанолу по тарілках колони [1]. При сталих витратах потоків живлення та гріючої пари величина  $L/G$  і концентрація спирту по висоті колони залежать від кількості води, що надходить на гідроселекцію. Важливим фактором, який впливає на ступінь вилучення та кратність концентрування органічних домішок, є вибір зон живлення РК по її висоті – місця введення води на гідроселекцію домішок та місця введення в колону спиртовмісних фракцій.

Метою досліджень було визначення ступеню вилучення і кратності концентрування органічних домішок спирту в процесі розгонки ГФ та спиртовмісних напівпродуктів брагоректифікації в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини в залежності від зміни зон введення живлення в РК по її висоті, встановлення оптимальних умов для максимального звільнення кубової рідини від летких домішок спирту.

Дослідження проводились у виробничих умовах Чуднівської філії ДП «Житомирський лікєро-горілчаний завод». Апаратурно-технологічна схема установки для вилучення етилового спирту представлена на рис.1. Установка включає РК 5, верхня частина якої зв'язана системою трубопроводів з дефлегматором 6 і конденсатором 7, збірник пом'якшеної води 1, пластинчаті теплообмінники 2, нижній і верхній вакуум-перервачі 3 та витратоміри 4. Спиртовмісні погони і ГФ перед подачею на тарілку живлення РК підігрівались

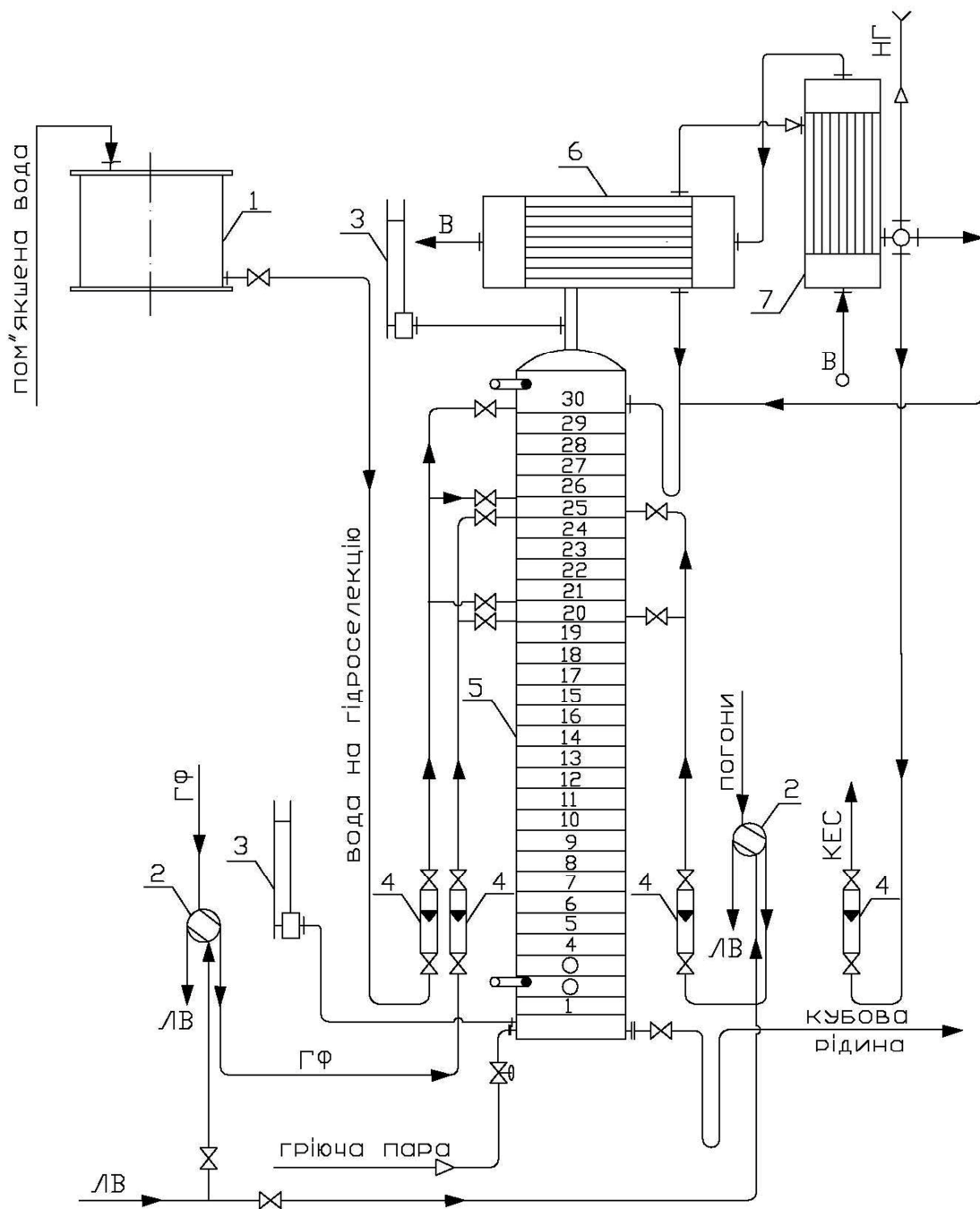


Рис. 1. Установа для вилучення етилового спирту з ГФ та напівпродуктів брагоректифікації в режимі керованих циклів:

1 – збірник пом'якшеної води; 2 – пластинчатий теплообмінник; 3 – вакуум-перервач;  
4 – ротаметр; 5 – розгінна колона; 6 – дефлегматор; 7 – конденсатор.

Умовні позначення: В – вода на охолодження; ЛВ – лютерна вода; ГФ – головна фракція;  
НГ – неконденсовані гази; КЕС – концентрат естеро-сивушний.

в пластинчатих теплообмінниках 2 теплом лютерної води, яка надходила із нижньої частини спиртової колони. Витрати живлення та відбір КЕС із конденсатору 7 контролювали за допомогою відповідних ротаметрів 4. Управління роботою приладів системи автоматики та приводних механізмів

здійснювалось за допомогою програмного забезпечення. В ході досліджень змінювали зони введення води на гідроселекцію та спиртовмісних погонів в РК. Витрати живлення, гріючої пари та кількісний відбір КЕС залишали без змін.

Для досліджень було обрано чотири варіанти: у першому випадку вода надходила на 30-ту, ГФ і погони – на 20-ту тарілки; у другому варіанті воду подавали на 25-ту, ГФ і погони – на 20-ту тарілки; у третьому випадку вода надходила на 30-ту, а ГФ і погони поступали на 25-ту тарілки; у четвертому варіанті воду, ГФ і погони подавали на 25-ту тарілку. Час затримки рідини на тарілках та час її переливу дорівнювали відповідно 15 і 5 с., робочий цикл масообміну відбувався протягом 40 с. Кожну серію дослідів проводили в триразовій повторності з інтервалом між дослідями 24 год. Визначальними обиралися середні величини. Витрати ГФ разом із спиртовмісними погонями становили 119  $\text{дм}^3/\text{год}$  в перерахунку на безводний спирт; з них: ГФ – 6,3 %, погонів із конденсаторів бражної колони та сепаратора  $\text{CO}_2$  – 9,4 %, сивушного спирту – 0,8 % від абсолютного алкоголю (а.а.) бражки. Відбір утвореного КЕС для всіх варіантів становив 0,25 % за а.а., видима концентрація етанолу в кубової рідині дорівнювала 11 % об. Витрати гріючої пари на РК визначали із теплового балансу. В процесі розгонки спиртовмісних фракцій відбирали дослідні проби ректифікованого спирту, КЕС та кубового залишку. Результати їх хроматографічного аналізу приведені в таблицях 1 і 2. Номери проб, вказані в таблицях, відповідали номерам варіантів досліджень.

При включенні РК до схеми БРУ вихід товарного спирту збільшувався на 3,5 % для всіх варіантів досліджень. Як видно із таблиці 1, зразки отриманого ректифікованого етилового спирту відповідали вимогам ДСТУ 4221:2003, але найбільш звільненим від ключових органічних домішок виявилась проба, отримана при роботі РК за варіантом 1. В пробі 1 виявлено найменше складових, найнижчу концентрацію альдегідів, спиртів сивушного масла та кротонового альдегіду. Даний зразок відрізнявся відсутністю естерів, низьким вмістом метилового спирту та ізопропанолу – домішок, незначна концентрація яких погіршує органолептичну оцінку товарного спирту.

**Порівняльна характеристика зразків ректифікованого  
етилового спирту**

Назва домішки	Концентрація, мг/дм <sup>3</sup> в перерахунку на б.с.			
	проба 1	проба 2	проба 3	проба 4
ацетальдегід	0,134	0,393	0,255	0,271
<b>альдегіди</b>	<b>0,134</b>	<b>0,393</b>	<b>0,255</b>	<b>0,271</b>
етилацетат	сліди	0,095	сліди	0,082
етилбутират	сліди	0,089	0,147	0,089
<b>естери</b>	сліди	<b>0,184</b>	<b>0,147</b>	<b>0,171</b>
ізопропанол	0,452	0,801	0,623	0,878
н-пропанол	0,112	0,117	0,096	0,112
ізобутанол	0,248	0,211	0,227	0,202
ізоаміловий спирт	0,204	0,277	0,211	0,241
н-пентанол	0,133	0,097	0,107	0,093
<b>сивушне масло</b>	<b>1,149</b>	<b>1,503</b>	<b>1,264</b>	<b>1,526</b>
<b>метанол, % об.</b>	0,007	0,006	0,010	0,009
кротоновий альдегід	0,110	0,165	0,133	0,146

Результати хроматографічного аналізу дослідних проб кубової рідини та КЕС, утворених в результаті розділення спиртовмісних фракцій, в залежності від зон введення живлення в РК приведені в таблиці 2. Їх аналіз показав, що впровадження технології ректифікації в режимі керованих циклів дозволяє в повній мірі вилучати естери (етилацетат, ізобутилацетат, етилбутират, ізоамілацетат), метилацетат, нетипові домішки (бутилформіат, акролеїн, 2-бутанон, кротоновий альдегід) та ізопропіловий спирт. Експериментально доведено, що головні домішки спирту максимально видалялися в умовах роботи РК за варіантами 1 і 3 завдяки зниженню концентрації етанолу на верхніх її тарілках. Проба 1 кубової рідини у порівнянні з іншими була найбільш звільненою від альдегідів, метилового та ізобутилового спиртів. Концентрація спиртів сивушного масла (н-пропанолу, н-бутанолу та ізоамілового спирту) була найменшою в пробі 4 кубової рідини. Аналіз проб утворених КЕС показав, що головні, проміжні та кінцеві домішки максимально

Таблиця 2

## Фізико-хімічні показники кубової рідини та КЕС в залежності від зони введення живлення в РК

Назва домішки	Концентрація, мг/дм <sup>3</sup> в перерахунку на б.с.							
	проби кубової водно-спиртової рідини				проби концентрату естери-сивушного (КЕС)			
	1	2	3	4	1	2	3	4
<b>етанол, видима</b>								
концентрація, % об.	11,0	11,0	11,0	11,0	76,0	92,0	76,0	90,0
ацетальдегід	3,41	5,08	4,64	4,85	21747,89	13763,16	16322,05	10201,00
метилацетат	сліди	сліди	сліди	сліди	8035,87	3556,19	8831,53	5322,36
<b>альдегіди</b>	<b>3,41</b>	<b>5,08</b>	<b>4,64</b>	<b>4,85</b>	<b>29783,76</b>	<b>17319,35</b>	<b>25153,58</b>	<b>15523,36</b>
етилацетат	сліди	сліди	сліди	сліди	330,56	103,21	143,83	125,79
ізобутилацетат	сліди	сліди	сліди	сліди	223,42	83,92	312,98	117,30
етилбутират	сліди	сліди	сліди	сліди	4130,40	2279,62	1018,42	784,51
ізоамілацетат	сліди	сліди	сліди	сліди	6167,69	4179,10	6818,91	3690,48
<b>естери</b>	<b>сліди</b>	<b>сліди</b>	<b>сліди</b>	<b>сліди</b>	<b>10852,07</b>	<b>6645,85</b>	<b>8294,14</b>	<b>4718,08</b>
<b>метанол, % об.</b>	<b>0,077</b>	<b>0,110</b>	<b>0,085</b>	<b>0,097</b>	<b>26,938</b>	<b>11,487</b>	<b>22,052</b>	<b>13,695</b>
н-пропанол	359,16	311,48	302,13	236,96	7737,55	6995,33	7264,30	4389,77
ізобутанол	769,02	1130,74	985,32	1087,04	46887,11	35246,86	40465,94	23759,17
н-бутанол	45,47	43,94	31,24	8,32	150,60	84,43	125,80	54,56
ізопропанол	сліди	сліди	сліди	сліди	36,42	12,45	25,00	8,57
ізоаміловий спирт	1274,1	1382,57	1356,79	820,9	27544,11	18353,92	23939,56	14330,49
н-пентанол	сліди	сліди	сліди	сліди	86,32	35,10	57,94	25,15
<b>сивушне масло</b>	<b>2447,75</b>	<b>2868,73</b>	<b>2675,48</b>	<b>2153,22</b>	<b>82442,11</b>	<b>53732,76</b>	<b>71878,54</b>	<b>42567,71</b>
бутилформіат	сліди	4,90	сліди	8,46	184,48	226,92	261,95	64,11
акролеїн	сліди	сліди	сліди	сліди	547,35	226,28	460,80	68,37
2-бутанон	сліди	сліди	сліди	сліди	132,47	133,32	59,80	56,62
кротональдегід	сліди	сліди	сліди	сліди	132,72	70,14	75,07	21,64
<b>нетипові</b>	<b>сліди</b>	<b>4,90</b>	<b>сліди</b>	<b>8,46</b>	<b>997,02</b>	<b>656,66</b>	<b>857,62</b>	<b>210,73</b>

концентрувалися при умові роботи РК за варіантом 1: вміст альдегідів в пробі 1 КЕС у порівнянні з іншими пробами КЕС зростав на 41,8 %, естерів на 56,5 %, спиртів сивушного масла на 48,4 %, метилового спирту на 57,0 %, нетипових на 78,8 %. Порівнюючи вміст окремих домішок в дослідних зразках, ми врахували ступінь звільнення кубової рідини від тих домішок, які в невеликих кількостях, але в значній мірі погіршують органолептичні показники ректифікованого спирту. До них відносяться етилбутират, метанол, н-пропанол, ізопропанол, акролеїн і кротоновий альдегід. Доведено, що вищевказані домішки максимально накопичувались в пробі 1 КЕС. Видима концентрація етилового спирту в пробах 1 і 3 КЕС була найнижчою і становила 76 % об. Витрати гріючої пари на процес розгонки спиртовмісних фракцій в умовах керованої екстрактивної ректифікації становили 12 кг/дал а.а. Теоретичні розробки Циганкова П.С. та Шияна П.Л., виробничий досвід експлуатації розгінних колон доводять, що для підвищення коефіцієнтів ректифікації головних домішок спирту необхідною умовою є зниження концентрації етанолу в кубовій рідині РК до 6...8 % об., для ефективного вилучення спиртів сивушного масла – до концентрації етанолу 4...5 % об, для вилучення метилового спирту – проведення помірної гідроселекції при концентрації етилового спирту на тарілках РК в межах 60 % мол. [1].

**Висновки.** Експериментально доведено, що в умовах екстрактивної ректифікації в режимі керованих циклів ступінь вилучення та кратність концентрування органічних домішок спирту залежать від зон введення в РК спиртовмісних фракцій та води для гідроселекції. Для максимального звільнення кубового залишку від органічних домішок, що утворюються на всіх стадіях технологічного процесу, доцільним є подача живлення на 20-ту, а води для гідроселекції на 30-ту (верхню) тарілки РК. При цьому ефективно вилучаються головні, проміжні та кінцеві домішки спирту: вміст альдегідів в утвореному КЕС у порівнянні з іншими пробами КЕС зростає на 41,8 %, естерів на 56,5 %, спиртів сивушного масла на 48,4 %, метилового спирту на 57,0 %, нетипових на 78,8 %. При роботі РК в режимі керованих циклів ректифікації



ректифікований етиловий спирт відповідає вимогам ДСТУ 4221:2003, а утворений КЕС - вимогам ТУ У 24.6-30219014-004: 2005.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т. *Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика*: Монографія. - К: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.
2. *Патент України* 69511 С2. Ректифікаційна установка для вилучення етилового спирту з фракцій, збагачених органічними домішками / Шиян П.Л., Українець А.І., Сизько В.Б., Жолнер І.Д., Олійнічук С.Т., Міхненко Є.О., Артюхов В.Я. – Заявлено 28.04.04; Опубл. 15.09.04, Бюл. № 9.
3. *Патент України* 89875 С2. Спосіб вилучення домішок із спиртовмісних фракцій в процесі брагоректифікації / Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В. – Заявлено 06.06.08; Опубл. 10.03.10, Бюл. № 5.
4. *Технічні умови України. Концентрат естеров-сивушний*  
ТУ У 24.6-30219014-004: 2005. - 17 с.
5. *Патент України* 89874 С2. Спосіб переливу рідини по тарілках колонного апарата у процесі масообміну між парою та рідиною / Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В. – Заявлено 06.06.08; Опубл. 10.03.10, Бюл. № 5.

**Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук,**

**В.В. Пятецкий, А.И. Данилюк**

#### **ИЗ ОПЫТА ЭКСПЛУАТАЦИИ РАЗГОННЫХ КОЛОНН В РЕЖИМЕ УПРАВЛЯЕМЫХ ЦИКЛОВ РЕКТИФИКАЦИИ**

*Приведены результаты исследований эффективности извлечения этилового спирта из фракций, обогащенных летучими органическими примесями в режиме управляемых циклов ректификации в зависимости от изменения зон ввода питания в разгонную колонну. Экспериментально установлены оптимальные условия для максимального освобождения кубового остатка от ключевых примесей спирта.*

**Ключевые слова:** управляемая ректификация, головная фракция, спиртосодержащие погоны, гидроселекция, разгонная колонна.

**Y.V. Buliy, P.L. Shiyan, A.P. Dmitruk, V.V. Pyatetskiy, A.L. Danilyuk**

## **FROM EXPERIENCE OF EXPLOITATION OF COLUMNS IN THE MODE OF THE GUIDED CYCLES OF RECTIFICATION**

*Results over of researches of efficiency of exception of ethyl spirit are brought from the factions enriched by volatile organic admixtures in the mode of the guided cycles of rectification depending on the change of zones of introduction of feed in a starting column. The brought apparatus-technological chart over of setting, her description. Indicated charges of feed, warming pair, exit of concentrate of esteras and fusel oil, condition of realization of researches. The brought comparative description over of standards of the rectified ethyl spirit, researches got after select variants, careful analysis of physical and chemical indexes of tests of deep blue hydroalcoholic liquid and tests of concentrate of esteras and fusel oil for different variants. It is practically well-proven that for the maximal release of deep blue remain from organic admixtures expedient is energising on the twentieth dish, and water for selection by wateri on the thirtieth (overhead) piattis of column. Thus the main, intermediate and eventual admixtures of alcohol are effectively withdrawn: content of aldehydes in well-educated of concentrate of esteras and fusel oil in comparing to other tests of concentrate of esteras and fusel oil grows on 41,8%, of esteras on 56,5%, alcohols of fusel oil on 48,4%, methyl alcohol on 57,0%, offtype on 78,8%. During work of starting column rectified ethyl spirit answered the requirements of state standard of Ukraine 4221: 2003, and concentrate of esteras and fusel oil - to the requirements of technical requirements of Ukraine 24.6-30219014-004: 2005.*

## **БІБЛІОГРАФІЧНИЙ ОПИС**

Булій Ю.В. Из досвіду експлуатації розгінних колон в режимі керованих циклів ректифікації [Текст] / Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук, В.В. Пятецький, А.Л. Данилюк // Журн. «Наукові праці НУХТ». - 2013. - №44. - с. 32-37.