

УДК 663.551

П.Л. Шиян, д-р техн. наук

Ю.В. Булій, канд. техн. наук

Національний університет харчових технологій

П.А. Дмитрук

А.П. Дмитрук

ТОВ «Техінсервіс-процес»

Вибір оптимальних умов для проведення масообміну в режимі циклічної ректифікації

Наведено результати досліджень ефективності процесу розгонки головної фракції етилового спирту і напівпродуктів брагоперегонки в режимі циклічної ректифікації в залежності від зміни зон вводу води на гідроселекцію та спиртовмісних погонів в колону по її висоті. Експериментально встановлені оптимальні умови вилучення і концентрування домішок.

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

Приведены результаты исследований эффективности процесса разгонки головной фракции этилового спирта и полупродуктов брагоперегонки в режиме циклической ректификации в зависимости от изменения зон ввода воды на гидроселекцию и спиртосодержащих погонев в колонну по ее высоте. Экспериментально установлены оптимальные условия извлечения и концентрирования примесей.

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

The results of researches of efficiency of the process разгонки head

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

fraction of ethyl alcohol and intermediates брагоперегонки in cyclic mode of rectification depending on changes in the zones of input water on гидроселекцию and alcohol straps in a column on its height. Experimentally there are optimal conditions of extraction and concentration of impurities.

Key words: *cyclic-rectification, headache faction, alcohol epaulets, hydro-breeding, разгонная column.*

Резервом збільшення виходу ректифікованого спирту в процесі брагоректифікації є вилучення спирту із відходів виробництва – головної фракції етилового спирту (ГФ). Технологія передбачає включення в існуючу брагоректифікаційну установку (БРУ) розгінної колони для розділення ГФ на два продукти: концентрат головної фракції та водно-спиртову рідину, звільнену від летких домішок спирту. Установка розгінної колони дозволяє збільшити вихід ректифікованого спирту з 94...96 до 98...98,5 % від спирту, введеного з бражкою, здійснювати гідроселекцію в процесі епюрації, не побоюючись зниження концентрації ГФ нижче допустимої згідно ГОСТ 5922-67 величини, в більшій мірі видаляти леткі домішки із епюрату за рахунок збільшення відбору ГФ [1]. Багаторічна практика експлуатації розгінних колон дозволила узагальнити досвід переробки ГФ і створити раціональні технологічні схеми включення її в систему БРУ. В сучасних умовах крім ГФ на тарілку живлення колони направляють спиртовмісні погони із конденсаторів бражної і спиртової колон, конденсатора сепаратора CO₂, спиртоуловлювачів, а також сивушний спирт і підсивушну промивну воду. Відомі технологічні схеми, відповідно до яких потоки живлення розподіляють у різні зони живлення колони в залежності від леткості домішок, відбір концентрату головних домішок здійснюють з конденсатору розгінної колони, а концентрату проміжних домішок із рідинної фази тарілки, розташованої над точкою вводу води на гідроселекцію [2,3]. Для гідроселекції домішок використовують гарячу пом'якшену воду, температура якої близька 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 утвореного концентрату домішок залежить від складу леткої частини бражки і в середньому складає 0,05...0,5 % від а.а. бражки. При сумісній переробці головної та сивушної фракцій склад утвореного естери-сивушного концентрату (КЕС) повинен відповідати вимогам технічних умов [4].

В умовах виробництва діючі установки не забезпечують цільове вилучення спирту з фракцій, збагачених кінцевими та проміжними домішками, а також ізобутиловим та пропіловими спиртами, які накопичуються в конденсаторі CO_2 і ректифікаційній колоні, що негативно впливає на якість товарної продукції. Відомо, що ступінь вилучення 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, що впливає на ступінь концентрування домішок і кількісний відбір спиртовмісних відходів, є вибір тарілок живлення по висоті колони, на які подають воду та погони.

Метою досліджень було перевірити ефективність процесу розгонки ГФ та спиртовмісних погонів в режимі циклічної ректифікації в залежності від зміни зон вводу води на гідроселекцію та погонів в колону по її висоті; вибір оптимальних умов для максимального вилучення та концентрування домішок при сталих витратах потоків живлення, гріючої пари та утвореного КЕС.

Визначальним показником ефективності роботи колони був ступінь звільнення кубової рідини від домішок, супровідних спирту, та кратність їх концентрування в процесі розгонки. Дослідження проводились на експериментальній колоні діаметром 426 мм. Колона мала 30 тарілок з контактними елементами. Відстань між тарілками дорівнювала 300 мм. Всі конструктивні елементи колони виконані із нержавіючої харчової сталі марки 12х18н10т. Масообмін між рідиною та паром відбувався в режимі контрольованих циклів затримки рідини на тарілках та її переливу при безперервній подачі гріючої пари в кубову частину колони. Перелив рідини з

тарілку на тарілку здійснювався у два послідовних етапи, які повторювались періодично у часі почергово: на першому етапі рідина переливалася з кожної непарної тарілки на кожну наступну парну за порядком розташування тарілку одночасно по всій висоті колони, на другому етапі з кожної парної тарілки на кожну наступну непарну тарілку. Для цього приводні механізми приводили тяги у рух вгору і вниз почергово через заданий програмою проміжок часу. Їх робота здійснювалась примусово за заданим алгоритмом і не залежала від режиму подачі пари в апарат та її тиску [5]. В ході досліджень змінювали зону подачі води на гідроселекцію та потоків живлення по висоті колони. Для перевірки було обрано чотири варіанти її обв'язки: у першому випадку вода надходила на 30-ту, погони – на 20-ту тарілки; у другому варіанті воду подавали на 25-ту, погони – на 20-ту тарілки; у третьому випадку вода і погони поступали відповідно на 30-ту і 25-ту тарілки; у четвертому варіанті воду і погони подавали на 25-ту тарілку. Витрати потоків живлення та КЕС контролювали за допомогою відповідних ротаметрів. Кожну серію дослідів проводили в триразовій повторності з інтервалом між дослідями 24 год. Визначальними обиралися середні величини. Загалом на тарілку живлення надходило 80 л/год спиртовмісних погонів в перерахунку на безводний спирт; з них: ГФ – 5,4 %, погонів із конденсаторів бражної колони та сепаратора CO₂ – 5,0 %, сивушного спирту – 0,8 %. Відбір утвореного концентрату домішок для всіх варіантів становив 0,5 %. Міцність кубової рідини коливалась в межах 11...12 % об. Витрати гріючої пари на колону визначали із теплового балансу. В процесі розгонки відбирали дослідні проби ректифікованого спирту, концентрату домішок та кубового залишку відповідно із конденсатора розгінної колони та її кубової частини. Результати хроматографічного аналізу дослідних проб отриманого ректифікованого етилового спирту приведені в таблиці. Номер проби, вказаний в таблиці, відповідав номеру варіанту досліджень.

За вмістом домішок всі дослідні проби ректифікованого спирту відповідали вимогам стандартів для спирту «Люкс» ДСТУ 4221:2003. При цьому самим «чистим» виявився спирт III.

Порівняльна характеристика проб ректифікованого етилового спирту

Назва домішки	Групи домішок	Концентрація, мг/дм ³ в перерахунку на безводний спирт			
		спирт 1	спирт 2	спирт 3	спирт 4
ацетальдегід	альдегід	0,134	0,393	0,255	0,271
	альдегіди	0,134	0,393	0,255	0,271
етилацетат	естер	0,095	-	-	0,082
етилбутират	естер	0,089	0,147	-	-
	естери	0,184	0,147	-	-
	сив. масло	0,878	0,801	0,523	0,452
ізопропанол	сив. масло	0,112	0,117	-	0,112
ізобутанол	сив. масло	0,248	-	-	-
ізоаміловий спирт	сив. масло	0,204	-	-	0,082
н-пентанол	сив. масло	0,133	-	-	-
	спирти сив. масла	1,574	0,918	0,523	0,646
метанол, % об.	кінцеві	0,007	0,006	0,010	0,009
кротональдегід	нетипові	0,200	0,165	0,110	0,146

Як видно із таблиці 1, отриманий зразок в порівнянні з іншими містив найменше складових. Концентрації ацетальдегіду, ізопропілового та метилового спиртів, кротонового альдегіду, спиртів сивушного масла в спирті III були найменшими. За вмістом альдегідів кращим був спирт I. В кожному варіанті в повній мірі вилучалися естери, нетипові домішки (акролеїн, 2-бутанон, кротоновий альдегід) та ізопропанол. Концентрація альдегідів у всіх пробах була невисокою і коливалася в межах 3,41...5,08 мг/дм³. Кубова рідина I порівняно з іншими пробами мала найнижчу концентрацію метилового спирту та ізобутанолу. Концентрація спиртів сивушного масла була найменшою в кубовій рідині IV, але ступінь їх розділення і кратність концентрування були найбільшими при роботі колони за варіантом I. Аналіз проб концентратів (КЕС) показав, що альдегіди найбільш ефективно концентрувалися в зразках I і IV; естери – при роботі колони за варіантом I і III. Порівнюючи вміст окремих домішок та їх груп в пробах КЕС, ми врахували ступінь концентрування тих

домішок, які в невеликих кількостях в значній мірі погіршують органолептичні показники спирту. До них відносяться етилбутират, метанол, н-пропанол, ізопропанол, бутилформіат, акролеїн і кротоновий альдегід. Установлено, що вищевказані домішки максимально накопичувались в концентраті I. Разом з головними досить ефективно вилучалися нижні проміжні (спирти сивушного масла) та кінцеві домішки, до яких відноситься метанол. Їх вміст в КЕС I порівняно з іншими зразками був найбільшим. Вміст етилового спирту в пробах КЕС I і III складав 76 % об., в пробах КЕС II і IV відповідно 90 і 92 % об.

Висновки. Експериментально доказано, що ступінь вилучення та кратність концентрування домішок, супровідних спирту, залежать від розташування зон живлення, в які подають спиртовмісні погони та воду на гідроселекцію. В найбільшій мірі їх концентрування відбувалося при подачі спиртовмісних погонів на 20-ту тарілку живлення, а пом'якшеної води – на верхню тарілку розгінної колони. Установлено, що в режимі циклічної ректифікації разом з головними максимально видалялися проміжні та кінцеві домішки - спирти сивушного масла і метанол, в повній мірі вилучалися естери - етилацетат, ізобутилацетат, етилбутират, ізоамілацетат, нетипові - акролеїн, 2-бутанон, кротоновий альдегід та ізопропанол – домішки, які в невеликих кількостях в значній мірі погіршують органолептичні показники товарної продукції. Всі зразки ректифікованого спирту відповідали вимогам стандарту для спирту «Люкс», проби КЕС - вимогам нормативно-технічної документації.

ЛІТЕРАТУРА

1. *Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійничук 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., Олійничук 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 естеровивушний 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.*