

УКРАЇНА <sup>(19)</sup> **UA** <sup>(11)</sup> **89875** <sup>(13)</sup> **C2** <sup>(51)</sup> МПК (2009) **B01D 3/00 C12F 3/00**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ **ОПИС**

ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД <sup>(19)</sup> **UA** <sup>(11)</sup> **89875** <sup>(13)</sup> **C2** <sup>(54)</sup> СПОСІБ ВИЛУЧЕННЯ ДОМІШОК ІЗ СПИРТОВМІСНИХ ФРАКЦІЙ В ПРОЦЕСІ БРАГОРЕКТИФІКАЦІЇ

1 2

**(21)** а200807768 **(22)** 06.06.2008 **(24)** 10.03.2010 **(46)** 10.03.2010, Бюл.№ 5, 2010 р. **(72)** ДМИТРУК АРКАДІЙ ПАВЛОВИЧ, ЧЕРНЯ-ХОВСЬКИЙ ЙОСИП БЕНЦІОНОВИЧ, ДМИТРУК ПАВЛО АРКАДІЙОВИЧ, БУЛІЙ ЮРІЙ ВОЛОДИ-МИРОВИЧ **(73)** ДМИТРУК АРКАДІЙ ПАВЛОВИЧ **(56)** RU 2277432 C2, 10.06.2006 RU 2086283 C1, 10.08.1997 RU 2166541 C1, 10.05.2001 RU 2186104 C1, 27.07.2002 RU 2166345 C1, 10.05.2001 RU 2236277 C2, 20.09.2004 SU 498008, 16.03.1976 SU 501059, 09.04.1976 RU 2166345 C1, 10.05.2001

**(57)** Спосіб вилучення домішок із спиртовмісних фракцій в процесі брагоректифікації, який передбачає подачу в розгінну колону фракцій з конденсатора бражної та спиртової колон, сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, сивушно-го спирту із спиртової колони, підсивушною промивної рідини та гарячої води для гідроселекції головних та проміжних домішок, відбір концентрату головних домішок з конденсатора розгінної колони та концентрату проміжних домішок із рідинної фази тарілки над точкою вводу в цю колону гідроселекційної води, який **відрізняється** тим, що головну фракцію етилового спирту з конденсатора епюраційної колони, фракцію з конденсаторів бражної, спиртової колон, сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, сивушного спирту із спиртової колони разом з підсивушною рідиною подають в середню зону концентраційної частини колони, гарячу воду для гідроселекції направляють в нижню зону епюрації, а кубову водно-спиртову рідину розгінної колони направляють в бражку.

Винахід відноситься до спиртової промисловості, точніше до способів вилучення домішок із спиртовмісних фракцій, відходів та напівпродуктів в процесі брагоректифікації.

Відомий спосіб вилучення етилового спирту з побічного продукту - головної фракції етилового спирту, згідно з яким брагоректифікаційна устано-вка споряджається додатковою колоною, обладнаною дефлегматором, конденсатором і декантатором, в середню частину якої із конденсатора епюраційної колони поступає головна фракція, одночасно на верхню тарілку колони подається конденсат водяної пари або гаряча лютерна вода для гідроселекції, а в низ колони - гріючої пари. Подачею води для гідроселекції відбувається розбавлення головної фракції до видимої міцності спирту на тарілках відгінної частини колони до 8-9% об., в той час, як в концентраційній вона пони-жується і на верхній тарілці складає близько 1% об. (Циганков П.С. і Носенко В.А., авторське свідо-цтво №242093 від 13.11.1969р.). Таким чином здійснюється розгонка головної фракції на два продукти: ефіро-альдегідний концентрат, в який переходять всі основні головні домішки спирту, та водно-спиртову суміш, звільнену від них, яка на-правляється в бражну колону. Спосіб дозволяє збільшити вихід ректифікованого спирту на 2,5...4,5%, тобто до 98,2...98,5% від кількості спирту, введеного з бражкою. При цьому головні домішки виводяться у кількості 0,15...0,3% в концентрованому стані.

Недоліком цього способу є те, що він не забезпечує вилучення кінцевих та проміжних домішок. Наприклад, спосіб не дає можливості вивести основну кінцеву небажану домішку - метанол, тому що при концентрації спирто-водної рідини в кубо-вій частині колони 8...9% об, по її тарілках встановлюється така концентрація етилового спирту, при якій коефіцієнт ректифікації метанолу має значення менше одиниці. При цьому значна його частина

переходить в кубову рідину, разом з якою потім потрапляє в бражку. Та частина спиртів (метанолу, етанолу, пропанолу, ізопропанолу, бутанолу та інших проміжних домішок), що разом

з

водою

з

**3 89875 4**

конденсатору попадає в декантатор для розшарування суміші на ефіри, альдегіди та водно-спиртову рідину, завдяки своїм властивостям, розчиняє в рідині і у вигляді флегми подає на верхню тарілку колони. Таким чином здійснюється накопичення проміжних та кінцевих домішок. Відома установка для вилучення етилового спирту з фракцій, збагачених органічними домішками, які утворюються на всіх стадіях технологічного процесу, яка працює наступним чином: головна фракція етилового спирту з конденсатора епюраційної колони подається на тарілку живлення розгінної колони; фракції, збагачені кінцевими, головними та проміжними домішками з конденсаторів сепаратора вуглекислоти, бражної, спиртової колони, колони кінцевої очистки та спиртоуловлювачів поступають в середню частину колони на 2...4-ту тарілку нижче тарілки живлення. А фракції, збагачені вищими спиртами, в тому числі ізобутиловим та пропіловими, відбираються із зон їх накопичення і через конденсатор подаються на 4...5-ту тарілку вище тарілки живлення. Гаряча пом'якшена вода подається в одну або дві зони, а саме на першу та 4-5-ту тарілку колони, рахуючи зверху, рівними потоками. (Шиян П.Л., Українець А.І., Сизько В.Б., Жолнер І.Д., Сосницький В.В., Олійничук С.Т. та інші, патент UA №69511, від 15.09.2004). Органічні домішки, які вилучають і концентрують в розгінній колоні відбираються із конденсатору у вигляді їх концентрату в кількості 0,05...0,5% від абсолютного алкоголю бражки. Використання установки дозволяє збільшити питомий вихід спирту, покращити його якість за рахунок більш повного концентрування летких органічних домішок, які утворюються на всіх стадіях технологічного процесу. Недоліком цієї установки є те, що подача пом'якшеної води для гідроселекції в одну або дві зони, а саме на першу та 4-5-ту тарілки колони, рахуючи зверху, не забезпечує достатньої по висоті колони зони високої концентрації етилового спирту по тарілках, розташованих вище, для повного вилучення та ефективного концентрування кінцевих домішок спирту, зокрема однієї з найбільш небажаних домішок - метанолу. Згідно цього способу при загальній кількості 41-57 тарілок в розгінній колоні концентраційна частина для кінцевих домішок спирту складає всього одну або 4-5 тарілок. Крім того відомо, що виділення метанолу здійснюється тільки при високих концентраціях водно-спиртових розчинів (60% мол. і більше), тобто у зоні його вилучення та концентрування гідроселекція не використовується. Установка не передбачає подачу в колону підсивушної водно-спиртової рідини для виділення етилового спирту. Відбір концентрату органічних домішок тільки з конденсатору розгінної колони не забезпечує виділення із установки в повній мірі проміжних домішок, які в значній мірі концентруються над точкою вводу гідроселекційної води.

Найбільш близьким до запропонованого є спосіб отримання ректифікованого спирту, згідно з яким поряд з виварюванням етилового спирту з бражки в бражній колоні з переходом етилового спирту і супровідних йому домішок в бражний дистилят з парою з цієї колони, очисткою бражного дистиляту від головних та проміжних домішок, включаючи компоненти сивушного масла, в епюраційній колоні з подачею гарячої води на її верхню тарілку, ректифікацією епюрату в спиртовій колоні з вилученням фракцій сивушного масла, сивушного спирту і непастеризованого спирту, розгонкою фракцій, які містять суміш головних та проміжних домішок, на верхню тарілку розгінної колони направляють фракції із конденсаторів бражної, спиртової, метанольної колон, сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, в середню зону концентраційної частини цієї колони подають фракцію сивушного спирту із спиртової колони, підсивушний шар рідини і гарячу воду для гідроселекції головних та проміжних домішок, із конденсатора розгінної колони відбирають концентрат головних домішок, з рідинної фази тарілки над точкою вводу в цю колону

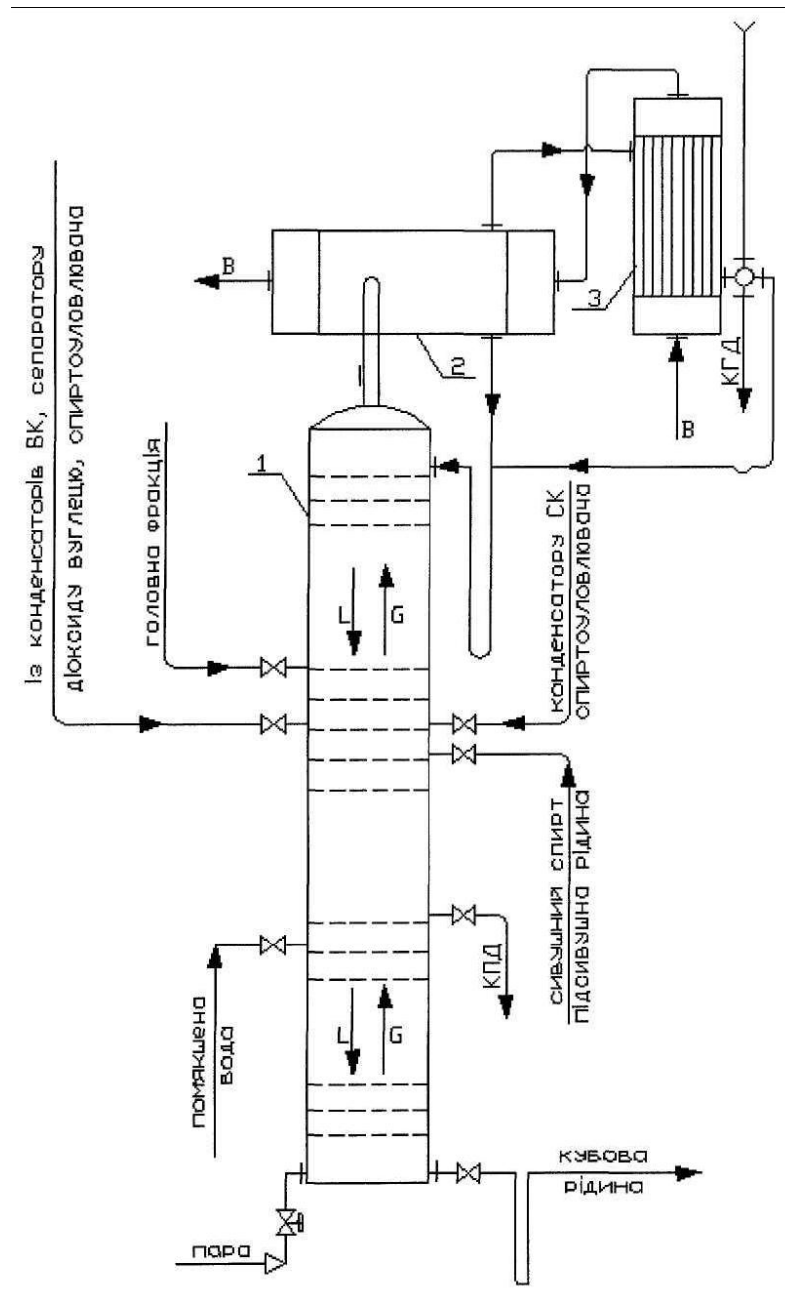
гідроселекційної води виводять концентрат проміжних домішок, а кубову рідину розгінної колони направляють в середню зону концентраційної частини епюраційної колони (Перелигін В.М., Никітіна С.Ю. Спосіб отримання ректифікованого спирту. Патент RU №2277432 по заявці №2004109934/13 від 02.04.2004, B01D3/14, C12P7/06). Оскільки кінцеві домішки спирту, зокрема метанол, подаються на верхню тарілку додаткової колони, то за рахунок відсутності зустрічних потоків їх парів та флегми по тарілках концентраційної частини колони не створюється достатньої зони для вилучення і концентрації домішок. Для кінце-вих домішок розгінна колона у даному випадку являється тільки відгінною. Тому у відомій схемі брагоректифікації передбачається включення метанольної колони, що веде до додаткових матеріальних витрат. Крім того, таке рішення приводить до значного розбавлення епюрату водою (16-20% об.), що являється причиною збільшення витрати пари в спиртовій колоні. У запропонованому способі передбачено також використання глибокої гідроселекції, але це сприяє ефективному вилученню тільки головних та частини проміжних домішок спирту. В основу винаходу поставлена задача отримання етилового спирту підвищеної якості, а саме вилучення домішок із спиртовмістних фракцій в т.ч. головних, проміжних і кінцевих, які утворюються в процесі брагоректифікації і тим самим отримати спирт-ректифікат більш високої якості.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі вилучення домішок із спиртовмістних фракцій в процесі брагоректифікації, який передбачає подачу в розгінну колону фракцій з конденсатору бражної та спиртової колон, сепаратору двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, сивушного спирту із спиртової колони, підсивушної промивної рідини та гарячої води для гідроселекції головних та проміжних домішок, відбір концентрату головних домішок з конденсатору розгінної колони та концентрату проміжних домішок із рідинної фази тарілки над точкою вводу в цю колону гідроселекційної води, згідно з винаходом головну фракцію етилового спирту з конденсатору епюраційної колони, фракції з конденсаторів бражної, спиртової колон,

#### **5 89875 6**

сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, сивушного спирту із спиртової колони разом з підсивушною рідиною подають в середню зону концентраційної частини колони, гарячу воду для гідроселекції направляють в нижню зону епюрації, а кубову водно-спиртову рідину розгінної колони направляють в бражку. Оскільки всі спиртовмістні фракції подаються в середню зону верхньої частини колони (концентраційної частини), а вода для гідроселекції направляється в нижню частину колони, то завдяки тому, що вода спрямована в нижню частину колони, остання розділяється на дві частини: зона високих концентрацій достатніх для вилучення і концент-рації кінцевих домішок, таких як метанолу, і части-ни проміжних домішок та зони низьких концентра-цій спирту для вилучення и концентрування головних и частини проміжних домішок (нижня частина колони).

Таким чином в колоні створюються оптимальні умови для більш повного вилучення усіх видів домішок та покращується якість спирту за рахунок більш повного вилучення домішок. Також спосіб передбачає помірну гідроселекцію (вміст спирту в кубовій рідині від 10 до 50%) та скидання кубової рідини в бражку.



При помірній гідроселекції створюються оптимальні умови для виділення головних і проміжних домішок у відгінній частині та кінцевих домішок в концентраційній частині колони (коефіцієнти ректифікації головних і кінцевих домішок в кожній зоні приймають значення більше одиниці, а проміжних домішок рівний одиниці), а також для концентрування головних і кінцевих домішок в концентраційній зоні та проміжних домішок у відгінній частині над точкою вводу гідроселекційної води за рахунок масообміну між зустрічними потоками парової та рідинної фаз (пари та флегми). Використання помірної гідроселекції приводить до зменшення витрат пари для підтримки високих концентрацій спирту на тарілках в концентраційній частині колони, запобігає значно-му розбавленню кубової водно-спиртової рідини, подача якої в бражку дозволяє отримати міцний бражний дистилят і приводить до економії гріючої пари в бражній колоні. Суть винаходу пояснено кресленням на якому зображена схема здійснення способу у оптимальному варіанті його втілення з

використанням відомої із рівня техніки установки. Установка складається з розгінної колони 1, дефлегматора 2 і конденсатора 3.

Заявлений спосіб реалізують наступним чином. В середню зону концентраційної частини колони 1 подається головна фракція етилового спирту з конденсатору епюраційної колони, фракції з конденсаторів бражної (БК), спиртової (СК) колон, сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, фракція сивушного спирту із спиртової колони разом з підсивушною рідиною. В кубову частину розгінної колони подають гріючу пару. В нижню зону колони 1 вводять гарячу пом'якшену воду. Водно-спиртову пару з леткими домішками з розгінної колони 1 направляють в дефлегматор 2 і конденсатор 3. Із конденсатора 3 відбирають концентрат головних домішок (КГД), а флегму із дефлегматора 2 і конденсатора 3 повертають на верхню тарілку розгінної колони 1. З рідинної фази тарілки, розташованої вище тарілки, на яку подають гідроселекційну воду, виводять концентрат проміжних домішок (КПД). З нижньої частини розгінної колони 1 відбирають кубовий продукт - водно-спиртову рідину, очищену від органічних домішок і направляють її в бражку.

**7 89875 8**

Комп'ютерна верстка А. Рябко

Підписне

Тираж 26 прим.

Міністерство освіти і науки України Державний департамент інтелектуальної власності, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601.

Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Булій Ю.В., Дмитрук П.А.

## СПОСІБ ВИЛУЧЕННЯ ДОМІШОК ІЗ СПИРТОВІСНИХ ФРАКЦІЙ В ПРОЦЕСІ БРАГОРЕКТИФІКАЦІЇ

Авторами запропонований спосіб, що дозволяє збільшити ступінь вилучення та кратність концентрування головних, проміжних і кієцевих домішок спирту при переробці спиртовмісних фракцій. Спосіб передбачає проведення помірної гідроселекції, подачу головної фракції етилового спирту, фракцій з кондексаторів бражної та спиртової колон, сепаратора двооксиду вуглецю і спиртоуловлювачів, сивушного спирту та підсивушної рідини в середню зону концентраційної частини колони, а гріючої пари в кубову її частину. Згідно запропонованого способу кубову водно-спиртову рідину, очищену від органічних домішок, направляють в бражку.

Ключові слова: колона, домішки, кубова рідина, спирт, ректифікація.

Дмитрук А.П., Черняхівський И.Б., Булий Ю.В., Дмитрук П.А.

## СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ ИЗ СПИРТСОДЕРЖАЩИХ ФРАКЦИЙ В ПРОЦЕССЕ БРАГОРЕКТИФИКАЦИИ

Авторами предложен способ, позволяющий увеличить степень извлечения и кратность концентрирования головных, промежуточных и концевых примесей спирта при переработке спиртосодержащих фракций. Способ предусматривает проведение умеренной гидроселекции, подачу головной фракции этилового спирта, фракций из конденсаторов бражной и спиртовой

колонн, сепаратора диоксида углерода и спиртоловушек, сивушного спирта и подсивушной воды в среднюю зону концентрационной части колонны, а греющего пара в кубовую ее часть. Согласно предложенному способу кубовую водно-спиртовую жидкость, очищенную от органических примесей, направляют в бражку.

Ключевые слова: колонна, примеси, кубовая жидкость, спирт, ректификация..

Dmitruk A.P., Chernyahovskiy I.B., Dmitruk P.A., Buliy Y.V.

#### THE METHOD OF EXTRACTION OF IMPURITIES FROM ALCOHOL-CONTAINING FRACTIONS IN THE PROCESS OF RECTIFICATION

The authors suggested a way to increase the degree of extraction and the ratio of concentration of the parent, the intermediate and the end of the impurities of alcohol when processing of alcohol-containing fraction. The method provides for a moderate гидроселекции, the filing of the head of the fraction of ethyl alcohol, factions of the capacitors бражной alcohol and columns, separators of carbon dioxide and спиртоловушек, сивушного alcohol and подсивушной of water in the Central zone of the concentration of columns, and heating steam in кубовую part of it. According to the proposed method of кубовую water-alcoholic liquid, purified LT organic impurities, send in their own beer.

Keywords: column, impurities, кубовая liquid, alcohol, reitification.

#### БІБЛІОГРАФІЧНИЙ ОПИС

Спосіб вилучення домішок із спиртовмісних фракцій в процесі брагоректифікації[Текст] : пат. 89875 Україна: МПК В01D 3/00, С12F 3/00 /Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В.; заявник та патентовласник Дмитрук А.П. (ТОВ «ТІСЕР»).- а200807768; заявл. 06.06.2008; опубл. 10.03.2010, Бюл. № 5.-3с.