

ТЕХНОЛОГІЯ РОЗГОНКИ СПИРТОВІСНИХ ФРАКЦІЙ В РЕЖИМІ КЕРОВАНИХ ЦИКЛІВ РЕКТИФІКАЦІЇ

Експериментально обґрунтовано доцільність проведення розгонки спиртовмісних фракцій в режимі керованих циклів ректифікації, досліджено розподілення ключових органічних домішок спирту по висоті розгінної колони, їх ступінь вилучення та кратність концентрування. Доведено, що використання інноваційної технології в умовах глибокої гідроселекції дозволяє отримати кубову рідину, в повній мірі звільнену від головних і нетипових домішок, на 94...96 % від вищих спиртів та метанолу. Встановлено, що витрати гріючої пари на процес розгонки зменшуються в середньому на 40 %. Доведено, що кубову рідину розгінної колони доцільно направляти на гідроселекцію у верхню зону епіюраційної колони. При цьому показники товарного спирту відповідають вимогам до високоякісного спирту категорії «Люкс».

Ключові слова: ректифікація, гідроселекція, кубова рідина, розгінна колона, органічні домішки, керовані цикли.

При сумісній розгонці побічних продуктів та напівпродуктів брагоректифікації технологія вилучення етилового спирту із фракцій, збагачених органічними домішками, не забезпечує в повній мірі видалення разом з головними проміжних та кінцевих домішок, що негативно впливає на якість товарного спирту. Включення розгінної колони (РК) до схеми брагоректифікаційної установки вимагає додаткових витрат гріючої пари в середньому до 20 кг/дал абсолютного алкоголю (а.а.), введеного в колону, та гарячої пом'якшеної води для проведення екстрактивної ректифікації в кількості 11,7...20,5 кг/кг а.а. в залежності від виду сировини. Ефективність роботи РК визначають за ступенем звільнення кубового залишку від летких домішок, що утворюються на всіх технологічних стадіях виробництва. Теоретичні розробки Циганкова П.С. та Шияна П.Л. доводять, що ступінь розділення органічних домішок та етилового спирту залежить від різниці значень їх коефіцієнтів випаровування. Для головних та проміжних домішок ця різниця приймає максимальні значення при низьких концентраціях спирту у розчинах, для кінцевих домішок навпаки - при високих концентраціях етанолу. Експериментально доведено, що ефективне видалення головних домішок (естерів та альдегідів) відбувається в умовах глибокої гідроселекції при концентрації етилового спирту в кубовій рідині 6...8 % об., для видалення проміжних домішок (вищих спиртів) необхідно понизити концентрацію етилового спирту до 4...5 % об., для збільшення коефіцієнта випаровування кінцевих домішок (метилового спирту) доцільно здійснювати помірну гідроселекцію для забезпечення концентрації етанолу на тарілках розгінної колони в межах 60 % мол. [1]. Із вищенаведеного можна зробити висновок про те, що в одній колоні неможливо створити оптимальні умови для одночасного ефективного вилучення різних груп органічних домішок. Разом з тим досвід сумісної переробки головних та сивушних фракцій показав, що підвищення ефективності розділення спиртовмісної суміші можливе при збільшенні кількості контактних пристроїв в РК до 51...57 і витрати гріючої пари на 28,7 % (від 2,56 до 3,59 кг/кг а.а.).

В умовах зростаючих цін на енергоносії розробка інноваційних ресурсо- та енергозберігаючих технологій, які дозволяють отримувати високоякісні продукти, є першочерговим завданням, актуальним для спиртової промисловості.

Нами запропонована технологія керованої ректифікації, яка передбачає здійснення визначених у часі циклів затримки рідини на тарілках та синхронний її перелив з тарілки на тарілку по всій висоті РК за заданим алгоритмом відповідно до програми контролера при безперервній подачі в колону живлення і гріючої пари. При цьому перелив рідини по тарілках колони відбувається у два послідовних етапи, які повторюються періодично у часі по чергово: на першому етапі рідина переливається з кожної непарної тарілки на кожну наступну парну за порядком розташування тарілку, на другому етапі - з кожної парної тарілки на кожну наступну непарну тарілку [2]. Таке рішення дозволяє підвищити ефективність міжфазового масопереносу, коефіцієнт корисної дії контактних пристроїв і знизити за рахунок цього витрати гріючої пари на процес масообміну між рідиною та парою в середньому на 40 % при стабільно високій якості товарного спирту. Тривалість циклів визначають за ступенем вилучення (α) та кратністю концентрування (β) ключових домішок.

Метою роботи було дослідження ефективності сумісної розгонки головних, проміжних та кінцевих домішок спирту при переробці побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації в режимі керованих циклів ректифікації: визначення ступеню вилучення та кратності концентрування ключових органічних домішок спирту, встановлення питомих витрат гріючої пари на процес.

Дослідження проводились у виробничих умовах Чуднівської філії ДП «Житомирський лікєро-горілчаний завод». Апаратурно-технологічна схема установки для вилучення етилового спирту представлена на рис.1. Схемою установки передбачалось введення до розгінної колони спиртовмісних фракцій з конденсаторів бражної, епіюраційної та спиртової колон, конденсатора сепаратора CO₂, сивушного спирту та підсивушної промивної води. Установка включала розгінну колону 8 з виносним кип'ятильником 4, верхня і нижня частини якої зв'язані з вакуум-перервачами 2, збірник пом'якшеної води 1 для гідроселекції, витратоміри 3, 15, дефлегматор 11, конденсатор 12, проміжні збірники підсивушної води 6 та кубової рідини 14, відцентрові

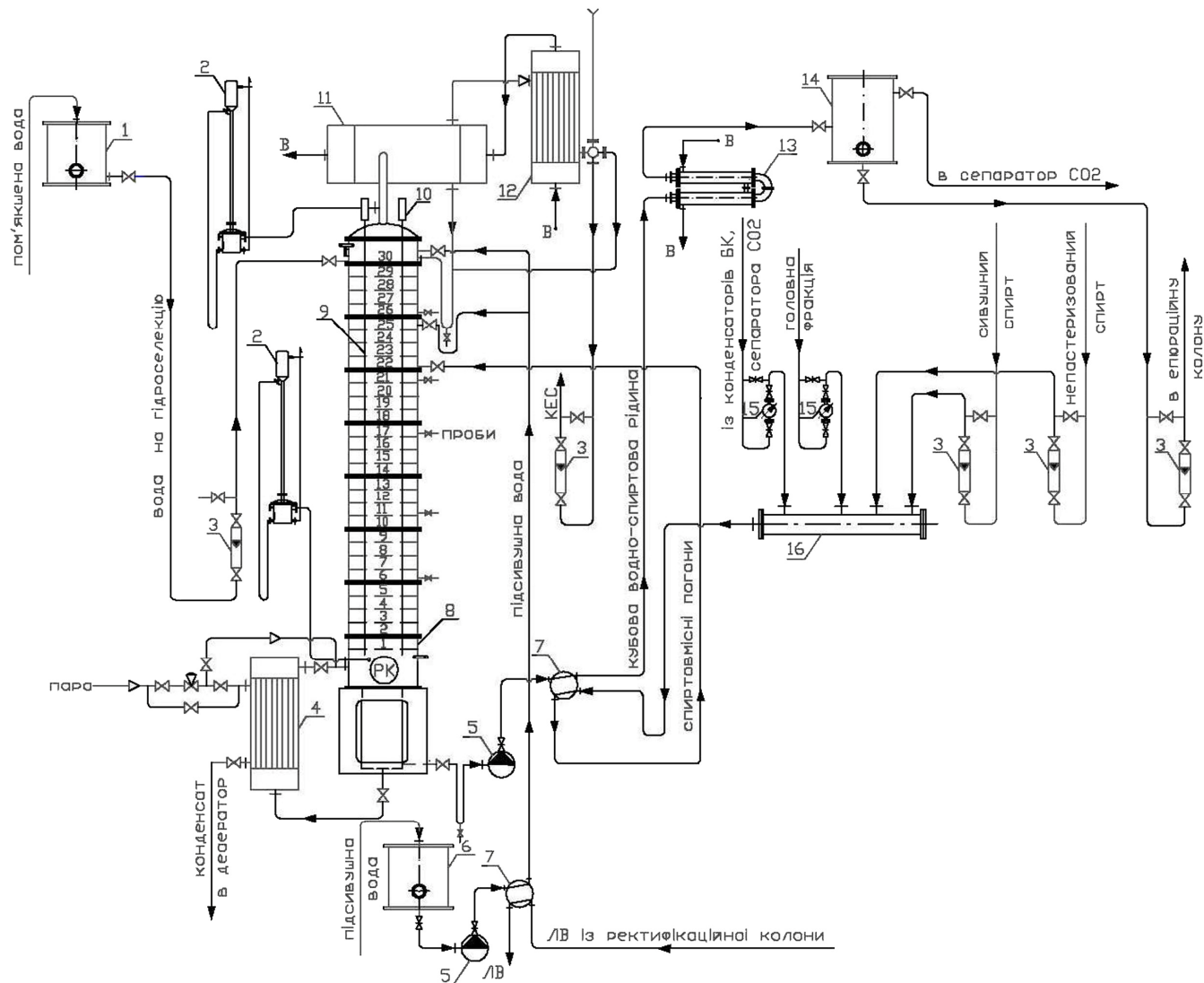


Рис.1. Апаратурно-технологічна схема установки для вилучення етилового спирту із побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації

1-збірник води; 2-вакуум-перервачі; 3,15-витратоміри; 4-кип'ятильник; 5-відцентрові насоси; 6-збірник підсвищуєної води; 7-пластинчасті теплообмінники; 8-розгінна колона; 9-тяги; 10-пневмоциліндри; 11-дефлегматор; 12-конденсатор; 13-теплообмінник; 14-збірник кубової рідини; 16-колектор погонів; ЛВ-лютерна вода; В-вода; Б-бражна колона; КЕС-концентрат естеров-сивушний.

насоси 5, пластинчасті теплообмінники 7, кожухотрубний теплообмінник 13 та колектор 16 для змішування погонів. РК діаметром 630 мм була оснащена 30 ситчастими тарілками з отворами діаметром 2,4 мм. Живий переріз тарілки дорівнював 3,3 %, відстань між тарілками становила 300 мм. Для проведення керованої ректифікації колону було додатково оснащено рухомими переливними пристроями, зв'язаними тягами 9 з приводними механізмами 10 (пневмоциліндрами). Робота пристроїв здійснювалась примусово за заданим алгоритмом і не залежала від режиму подачі гріючої пари та її тиску. На рухомих тягах 9 були закріплені клапани таким чином, що одні з них були розташовані на парних тарілках, інші на непарних. Клапани по чергово закривали та відкривали переливні отвори парних та непарних тарілок в залежності від роботи пневмоциліндрів. Управління клапанами та роботою пневмоциліндрів, контроль технологічних параметрів (температури, тиску) відбувався за допомогою автоматичних датчиків, сигнал з яких передавався на мікропроцесорний контролер. Всі конструктивні елементи колони були виконані із нержавіючої харчової сталі марки 12х18н10т. Облік води на гідроселекцію, непастеризованого та сивушного спиртів, утвореного естеро-сивушного концентрату (КЕС) та кубової рідини, звільненої від ключових органічних домішок, здійснювали за допомогою відповідних ротаметрів 3. Витрати головної фракції етилового спирту, спиртовмісних погонів із конденсаторів бражної колони та сепаратора CO₂ контролювали за допомогою витратомірів 15. Загалом на тарілку живлення поступало 135 дм³/год а.а., з них головної фракції етилового спирту - 8,5 %, погонів із конденсатора бражної колони - 9,4 %, конденсатора сепаратора CO₂ - 3,0 %, сивушного спирту - 1,5 %, непастеризованого спирту - 1,5 % від а.а. бражки. Час затримки рідини на тарілках становив 15 с., час переливу - 4 с. Тиск в кубовій частині РК дорівнював 17,5 кПа, у верхній її частині 2...5 кПа; температура в кубі колони становила 102-103°C, у верхній частині 90-91°C, води на охолодження на вході в конденсатор 15°C, на виході після дефлегматора - 65°C. Вода на гідроселекцію самопливом надходила із збірника 1 на верхню тарілку РК. Установка кип'ятильника 4 дозволила збільшити її витрати до 2300 дм³/год, понизити концентрацію етилового спирту на верхніх тарілках колони до 7 % об., в кубовій частині до 5...6 % об. і створити сприятливі умови для видалення головних та проміжних домішок. Підсивушна промивна вода підігрівалася теплом лютерної води в пластинчастому теплообміннику 7 від 30...35°C до 90°C і відцентровим насосом 5 подавалася у верхню зону концентраційної частини колони - на 25 та 30-ту тарілки. Спиртовмісні фракції самопливом надходили через відповідні витратоміри в колектор 16, в якому змішувались, далі підігрівались теплом кубової рідини в пластинчастому теплообміннику 7 і єдиним потоком надходили на 22-гу тарілку живлення РК. В теплообміннику 7 температура кубової рідини зменшувалася до 93...94°C, її подальше охолодження відбувалося в трубчастому теплообміннику 13. Охолоджена до температури 80...81°C кубова рідина відцентровим насосом 5 подавалася в напірний проміжний збірник 14. Відбір утвореного КЕС здійснювався із конденсатора РК через ротаметр 3 і становив 0,23...0,27 % від а.а. бражки. Для відбору дослідних проб по висоті колони були врізані крани на 2, 6, 11, 17, 26-тій тарілках. Кожну серію дослідів проводили в триразовій повторності. Визначальними обиралися середні величини. За критерій оптимізації процесу приймали ступінь вилучення та кратність концентрування домішок. Ступінь вилучення визначали за відношенням концентрації домішки у живленні до її концентрації в кубовій рідині, кратність концентрування - за відношенням концентрації домішки у КЕС до її концентрації у живленні. Результати хроматографічного аналізу дослідних проб зведені в таблиці 1.

Аналіз отриманих результатів показав, що в процесі сумісної розгонки головних, проміжних та кінцевих домішок спирту в режимі керованих циклів ректифікації проміжні та кінцеві домішки мали ярко виражений характер головних. В повній мірі видалялися альдегіди (ацетальдегід), естери (метилацетат, етилацетат, ізобутилацетат, ізоамілацетат) та нетипові (акролеїн, кротоновий альдегід), а також ізопропіловий спирт та н-пентанол - домішки, які навіть в невеликих кількостях в значній мірі погіршують органолептичні показники товарної продукції. Серед естерів найбільшу кратність концентрування мав етилацетат, найнижчу - ізобутилацетат. Керовані цикли затримки рідини на тарілках на визначений термін часу та синхронний її перелив по всій висоті колони при безперервній подачі гріючої пари в кубову частину колони дозволили підвищити ефективність міжфазового контакту, завдяки чому в умовах глибокої гідроселекції ступінь вилучення проміжних та кінцевих домішок підвищився. Із даних таблиці 1 видно, що максимальну кратність концентрування мав метиловий спирт. Серед вищих спиртів найбільш ефективно концентрувався ізобутиловий спирт, найменші ступінь вилучення та кратність концентрування мав н-пропанол. В процесі розгонки концентрація етилового спирту по тарілках колони не перевищувала 13 % об. При роботі РК показники ректифікованого етилового спирту відповідали нормативним для спирту «Люкс», а показники утвореного КЕС - вимогам технічних умов [3,4].

Із досвіду експлуатації розгінних колон відомо, що кубову водно-спиртову рідину зазвичай повертають на повторний цикл ректифікації, а саме на верхню тарілку бражної колони [5]. Пов'язано це з тим, що відома технологія не забезпечує повного звільнення кубового залишку від ключових органічних домішок, які в подальшому концентруються в процесі брагоректифікації і погіршують якість ректифікованого етилового спирту. Тому брагоректифікаційні установки, оснащені типовими розгінними колонами, до яких подають побічні продукти, що утворюються на всіх технологічних стадіях виробництва, не завжди дозволяють отримати готовий продукт високої якості.

Експериментально доведено, що запропонована технологія розгонки спиртовмісних фракцій в режимі керованих циклів ректифікації дозволяє отримати кубову рідину, в повній мірі звільнену від головних і нетипових домішок, на 94...96 % від вищих спиртів та метилового спирту. Отриману кубову рідину міцністю

Розподілення ключових органічних домішок спирту по висоті розгінної колони, ступінь їх вилучення та кратність концентрування

Таблиця 1

Назва домішки	Концентрація, мг/дм ³									Ступінь вилучення (α)	Кратність концен- трування (β)
	Погони живлення	Кубова рідина	Номер тарілки					Флегма	КЕС		
			2	6	11	17	26				
етанол, видима концентрація, % об.	82,0	5,4	10,0	13,0	13,0	13,0	7,0	65,0	68,0	16,4	0,83
ацетальдегід	605,04	-	-	2,59	3,28	5,30	16,71	12304,16	13591,24	∞	22,46
метилацетат	32,29	-	-	-	-	-	-	756,01	770,80	∞	23,87
етилацетат	509,44	-	-	4,65	8,27	18,57	сліди	14448,94	15344,38	∞	30,12
ізобутилацетат	14,63	-	-	-	-	9,08	47,54	122,92	137,18	∞	9,38
ізоамілацетат	81,37	-	-	-	-	-	-	1573,22	1652,86	∞	20,31
ізопропанол	2,01	-	-	-	1,03	4,43	12,48	47,69	42,23	∞	21,01
н-пропанол	10063,81	1080,33	1419,25	2331,13	4894,35	8035,31	6254,53	49045,51	53570,42	9,32	5,32
ізобутанол	6851,15	6,50	7,57	47,92	347,53	1749,32	6718,29	218151,51	204757,31	1054,02	29,89
н-бутанол	36,11	-	5,36	8,62	23,40	23,88	28,67	422,44	379,93	∞	10,52
ізоаміловий спирт	10354,84	7,08	7,98	156,73	731,87	1672,41	8531,65	211033,03	203311,74	1462,55	19,63
н-пентанол	сліди	-	-	-	-	-	-	12,32	17,25	∞	-
акролеїн	25,89	-	-	-	-	-	-	446,94	447,59	∞	17,29
кротоновий альдегід	сліди	-	-	-	-	-	-	121,78	136,72	∞	-
метанол, %об.	0,026	0,001	0,001	0,001	0,004	0,003	-	2,86	2,66	26,00	102,31
Групи домішок:											
альдегіди	605,04	-	-	2,59	3,28	5,30	16,71	12304,16	13591,24	∞	22,46
естери	637,73	-	-	4,65	8,27	27,65	47,54	16901,09	17905,22	∞	28,08
сивушне масло	27307,92	1093,91	1440,16	2544,4	5998,18	11485,35	21545,62	478712,5	462078,88	24,96	16,92
метанол, % об.	0,026	0,001	0,001	0,001	0,004	0,003	0,005	2,86	2,66	26,00	102,31
нетипові	25,89	-	-	-	-	-	-	446,94	447,59	∞	17,29

5...6 % об. доцільно використовувати для проведення гідроселекції в епюраційній колоні. Для цього визначену її кількість із збірника 14 направляють у верхню зону концентраційної частини епюраційної колоні через витратомір 3, а надлишок - на верхню тарілку бражної колоні. Таке рішення дозволяє зменшити витрати гарячої пом'якшеної води на проведення гідроселекції в епюраційній колоні, гріючої пари на перегонку бражки і запобігає концентруванню органічних домішок в брагоректифікаційній установці.

Витрати гріючої пари на процес розгонки визначали із теплового балансу за витратами води на охолодження та її температурою на вході в конденсатор і виході із дефлегматора РК. Встановлено, що витрати гріючої пари на проведення розгонки спиртовмісних фракцій, збагачених органічними домішками, в режимі керованої ректифікації становлять 11...13 кг/дал а.а., що вводиться в колону. Після включення в схему брагоректифікації РК вихід ректифікованого етилового спирту збільшився на 3,5...3,7 %. Досліджено, що для ефективного розділення суміші в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини в РК достатньо установити 30 контактних пристроїв, згаданих вище.

Запропонована технологія розгонки спиртовмісних фракцій в режимі керованих циклів ректифікації, яка дозволяє в умовах глибокої гідроселекції підвищити ступінь вилучення та кратність концентрування проміжних і кінцевих домішок, отримати кубову рідину, в повній мірі звільнену від головних та нетипових домішок, на 94...96 % від вищих спиртів і метанолу. При цьому кубову рідину розгінної колоні доцільно направляти на гідроселекцію у верхню зону концентраційної частини епюраційної колоні. Експериментально доведено, що витрати гріючої пари на процес розгонки зменшуються в середньому на 40 %. При цьому показники товарного спирту відповідають вимогам високоякісного спирту «Люкс».

Перспективним напрямком роботи є проведення подальших досліджень ефективності запропонованої технології при її використанні у технологічних процесах перегонки зрілої бражки і очистки ректифікованого етилового спирту.

ЛІТЕРАТУРА

1. Технологія спирту. В.О.Маринченко, В.А.Домарецький, П.Л.Шиян, В.М.Швець, П.С.Циганков, І.Д.Жолнер. /Під ред. проф. В.О.Маринченко. – Вінниця: «Поділля-2000», 2003. – 496 с.
2. 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.
3. ДСТУ 4221:2003. Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.
4. Технічні умови України. Концентрат естеро-сивушний ТУ У 24.6-30219014-004: 2005. - 17 с.
5. Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. - К: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.

Технология разгонки спиртосодержащих фракций в режиме управляемых циклов ректификации

Експериментально обоснована целесообразность проведения разгонки спиртосодержащих фракций в режиме управляемых циклов ректификации, исследовано распределение ключевых органических примесей спирта по высоте разгонной колонны, степень их извлечения и кратность концентрирования. Доказано, что использование инновационной технологии в условиях глубокой гидроселекции позволяет получать кубовую жидкость, в полной мере очищенную от головных и нетиповых примесей, на 94...96 % от высших спиртов и метанола. Установлено, что расход греющего пара на процесс разгонки уменьшается в среднем на 40 %. Доказано, что кубовую жидкость разгонной колонны целесообразно направлять на гидроселекцию в верхнюю зону эпюрационной колонны. При этом показатели товарного спирта соответствуют требованиям к высококачественному спирту категории «Люкс».

Ключевые слова: ректификация, гидроселекция, кубовая жидкость, разгонная колонна, органические примеси, управляемые циклы.

Y.V. Buliy, P.L. Shiyani, A.P. Dmitruk, A.I. Malygin

Technology is accelerations of factions, which contain an alcohol, in the mode of the guided cycles of rectification

Experimentally grounded expedience of lead through accelerations of factions, which contain an alcohol, in the mode of the guided rectification, investigational distributing of key organic admixtures of alcohol on the height of starting column, their degree of exception and multiple ness of concentration. It is well-proven that the use of innovative technology in the conditions of deep selection by water allows to get a deep blue liquid, exempt from main and off type admixtures, on 94...96 % from higher alcohols and methanol. It is set that the charges of warming pair on the process of acceleration diminish on the average on 40 %. It is well-proven that it is expedient to send a deep blue liquid to selection by water in the overhead area of column of epuration. Thus the indexes of commodity alcohol answer requirements to the high-quality alcohol of category the first «Class».

Keywords: rectification, selection by water, deep blue liquid, starting column, organic admixtures, guided cycles.

БІБЛІОГРАФІЧНИЙ ОПИС

Булій Ю.В. **Технологія розгонки спиртовмісних фракцій в режимі керованих циклів ректифікації**

[Текст] / Булій Ю.В., Шиян П.Л., Дмитрук А.П.,
Малигін А.І. // Журн. «Харчова наука і технологія». – 2012. - №3(20). – с.94-98.