

УДК 663.551

**ОПТИМИЗАЦИЯ РАБОТЫ КОЛОНН ПО ИЗВЛЕЧЕНИЮ И
КОНЦЕНТРИРОВАНИЮ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ ЭТИЛОВОГО
СПИРТА В РЕЖИМЕ ЦИКЛИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ**

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук

В условиях растущих цен на энергоносители разработка и внедрение инновационных энергосберегающих технологий, обеспечивающих сокращение объемов побочных продуктов и отходов производства, является первоочередной задачей, актуальной для спиртовой промышленности. Резервом увеличения выхода ректифицированного этилового спирта является его выделение из спиртосодержащих отходов. Суть способа заключается в том, что брагоректификационная установка (БРУ) дополнительно оснащается разгонной колонной (РК). Ее включение позволяет увеличить выход ректифицированного спирта с 94...96 до 98...98,5 % от спирта, введенного с бражкой, осуществлять двойную гидроселекцию примесей в разгонной и эспюрационной колоннах, в большей степени выделять летучие органические примеси из эспюрата за счет уменьшения концентрации этанола по тарелкам эспюрационной колонны и повышенного отбора ГФ из ее конденсатора [1]. Многолетняя практика эксплуатации разгонных колонн позволила обобщить опыт переработки ГФ и создать рациональные технологические схемы их включения в типовые (БРУ). Для выделения спирта из фракций, обогащенных органическими примесями, на тарелку питания РК направляют спиртосодержащие фракции из спиртоловушек, конденсаторов бражной, эспюрационной и спиртовой колонн, конденсатора сепаратора CO₂, сивушный спирт и подсивушную промывную воду. Существуют

технологические схемы, в соответствии с которыми потоки питания отдельно направляют в различные зоны РК в зависимости от летучести органических примесей; отбор концентрата головных примесей осуществляют из конденсатора, а концентрата промежуточных примесей из жидкостной фазы тарелки, расположенной над точкой ввода воды на гидроселекцию [2,3]. Для гидроселекции используют горячую умягченную воду с температурой, близкой по значению температуре верхней части колонны. Использование лютерной воды, содержащей значительное количество органических кислот, вызывает новообразование в колонне дополнительных примесей, что приводит к увеличению спиртосодержащих отходов производства. Количество эстеровивушного концентрата (КЭС), образовавшегося в процессе экстрактивной ректификации, зависит от состава летучей части бражки и составляет 0,05...0,5 % от абсолютного алкоголя (а.а.) бражки. Его показатели должны соответствовать требованиям нормативно-технической документации [4].

В условиях производства в процессе разгонки спиртосодержащих фракций типовые БРУ не обеспечивают эффективное извлечение спирта из фракций, обогащенных концевыми и промежуточными примесями (метиловым, изобутиловым и н-пропиловым спиртами), которые вместе с кубовой жидкостью возвращаются в цикл ректификации и отрицательно влияют на качество товарного спирта. Нами разработана технология ректификация в режиме управляемых циклов задержки и перелива жидкости, позволяющая повысить степень извлечения и кратность концентрирования органических примесей, которые образуются на всех стадиях технологического процесса. Инновационная технология предусматривает проведение управляемых циклов задержки жидкости

на тарелках РК на заданный промежуток времени с целью повышения эффективности межфазового контакта и ее синхронный перелив с тарелки на тарелку в два последовательных этапа, повторяющихся периодически во времени поочередно: на первом этапе жидкость переливается с каждой непарной тарелки на каждую следующую парную по порядку расположения тарелку, на втором этапе - с каждой парной тарелки на каждую следующую непарную тарелку. При этом греющий пар и питание подают в РК непрерывно. Работа переливных устройств осуществляется за заданным алгоритмом в соответствии с программой контроллера [5].

Известно, что степень извлечения органических примесей зависит от соотношения жидкостного и парового потоков (L/G), а также от концентрации этанола по тарелкам колонны [1]. При постоянном расходе потоков питания и греющего пара величина L/G и концентрация спирта по высоте колонны зависят от количества воды, подаваемой на гидроселекцию. Важным фактором, влияющим на степень извлечения (α) и кратность концентрирования (β) органических примесей, является выбор зон питания РК по ее высоте – места ввода воды на гидроселекцию примесей и места ввода в колонну спиртосодержащих фракций.

Целью исследований было определение степени извлечения и кратности концентрирования органических примесей спирта в процессе разгонки ГФ и спиртосодержащих полупродуктов брагоректификации в режиме управляемых циклов задержки и перелива жидкости в зависимости от изменения зон ввода питания в РК по ее высоте, определение оптимальных условий для максимального выделения ключевых органических примесей спирта из кубовой жидкости.

Исследования проводились в производственных условиях Чудновского филиала ДП «Житомирский ликеро-водочный завод». Аппаратурно-технологическая схема установки представлена на рис.1.

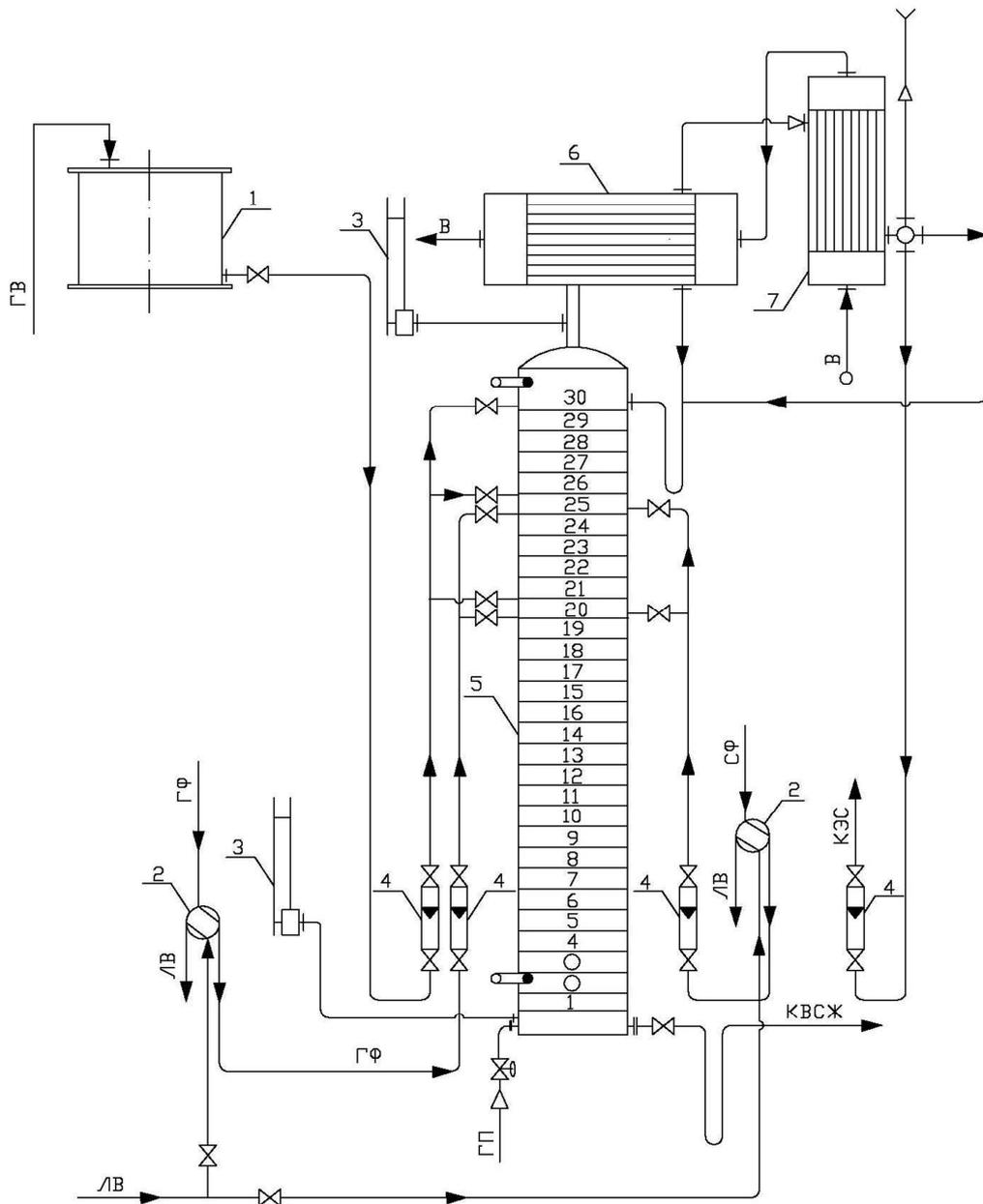


Рис. 1. Установка для извлечения и концентрирования органических примесей этилового спирта в режиме циклической ректификации:
 1 – сборник умягченной воды; 2 – пластинчатый теплообменник; 3 – вакуум-прерыватель; 4 – ротаметр; 5 – РК; 6 – дефлегматор; 7 – конденсатор.
Условные обозначения: ГФ – головная фракция; ЛВ – лютерная вода; ГП – греющий пар; СФ – спиртосодержащая фракция; КЭС – концентрат эстеровый; КВСЖ – кубовая водно-спиртовая жидкость; В – вода на охлаждение.

Установка включает РК 5, верхняя часть которой связана системой трубопроводов с дефлегматором 6 и конденсатором 7, сборник умягченной воды 1, пластинчатые теплообменники 2, нижний и верхний вакуум-прерыватели 3 и расходомеры 4. Спиртосодержащие погоны и ГФ перед подачей на тарелку питания РК подогревались в пластинчатых теплообменниках 2 теплом лютерной воды, поступающей из нижней части спиртовой колонны. Расход питания и отбор КЭС из конденсатора 7 контролировали с помощью соответствующих ротаметров 4. Управление работой приборов системы автоматики и приводных механизмов осуществлялось с помощью программного обеспечения. По ходу исследований меняли зоны ввода воды на гидроселекцию и спиртосодержащих фракций в РК. Расход питания, греющего пара и количественный отбор КЭС оставляли без изменений.

Для исследований нами было предусмотрено четыре варианта: в первом случае вода поступала на 30-ю, ГФ и погоны – на 20-ю тарелки; во втором варианте воду подавали на 25-ю, ГФ и погоны – на 20-ю тарелки; в третьем случае вода поступала на 30-ю, а ГФ и погоны подавались на 25-ю тарелки; в четвертом варианте воду, ГФ и погоны подавали на 25-ю тарелку. Время задержки жидкости на тарелках и время ее перелива равнялось соответственно 15 и 5 с., рабочий цикл массообмена - 40 с. Каждую серию опытов проводили в трехкратной повторности с интервалом между опытами 24 час. Определяющими избирались средние результаты. Расход ГФ и спиртосодержащих погонов составлял $119 \text{ дм}^3/\text{час}$ в пересчете на а.а.: ГФ – 6,3 %, погонов из конденсаторов бражной колонны и сепаратора CO_2 – 9,4 %, сивушного спирта – 0,8 % от а.а. бражки. Отбор образовавшегося КЭС для всех вариантов составлял 0,25 % по а.а., видимая

концентрация этанола в кубовой жидкости равнялась 11 % об. Расход греющего пара на РК определяли, исходя из теплового баланса. В процессе разгонки многокомпонентной смеси отбирали опытные пробы ректификованного спирта, КЭС и кубового остатка. Результаты их хроматографического анализа приведены в таблицах 1 и 2. Номера проб, указанные в таблицах, соответствовали номерам вариантов исследований.

Сравнительная характеристика образцов ректификованного этилового спирта

Таблица 1

Название примеси	Концентрация, мг/дм ³ в пересчете на а.а.			
	проба 1	проба 2	проба 3	проба 4
ацетальдегид	0,134	0,393	0,255	0,271
альдегиды	0,134	0,393	0,255	0,271
этилацетат	сліди	0,095	сліди	0,082
этилбутират	сліди	0,089	0,147	0,089
эстеры	сліди	0,184	0,147	0,171
изопропанол	0,452	0,801	0,623	0,878
н-пропанол	0,112	0,117	0,096	0,112
изобутанол	0,248	0,211	0,227	0,202
изоамиловый спирт	0,204	0,277	0,211	0,241
н-пентанол	0,133	0,097	0,107	0,093
сивушное масло	1,149	1,503	1,264	1,526
метанол, % об.	0,007	0,006	0,010	0,009
кетоновый альдегид	0,110	0,165	0,133	0,146

При включении РК в схему БРУ выход товарного спирта увеличивался на 3,5 % для всех вариантов исследований. Как видно из таблицы 1, образцы полученного ректификованного этилового спирта соответствовали требованиям ДСТУ 4221:2003, минимальное содержание летучих примесей оказалось в пробе, полученной при работе РК по варианту 1. В пробе 1 обнаружено минимальное количество составляющих, самую низкую концентрацию альдегидов (в том числе кетонового альдегида) и спиртов сивушного масла. Данный образец отличался

отсутствием эстеров, низким содержанием изопропилового и метилового спиртов – примесей, незначительная концентрация которых ухудшает органолептическую оценку товарного спирта. Результаты хроматографического анализа опытных проб кубовой жидкости и КЭС, образовавшихся в результате разделения спиртосодержащих фракций, в зависимости от зон ввода питания в РК приведены в таблице 2. Их анализ показала, что внедрение технологии ректификации в режиме управляемых циклов позволяет в полном объеме выделять эстеры (этилацетат, изобутилацетат, этилбутират, изоамилацетат), метилацетат, нетиповые примеси (бутилформиат, акролеин, 2-бутанон, кротоновый альдегид) и изопропиловый спирт. Экспериментально доказано, что головные примеси спирта максимально выделялись в условиях работы РК по вариантам 1 и 3 благодаря снижению концентрации этанола на верхних ее тарелках. Проба 1 кубовой жидкости в сравнении с другими имела самую низкую концентрацию альдегидов, метилового и изобутилового спиртов. Содержание спиртов сивушного масла (н-пропанола, н-бутанола и изоамилового спирта) было минимальным в пробе 4 кубовой жидкости. Анализ проб образовавшихся КЭС показал, что головные, промежуточные и концевые примеси максимально концентрировались в условиях работы РК по варианту 1: концентрация альдегидов в пробе 1 в сравнении с другими пробами КЭС увеличилась на 41,8 %, эстеров на 56,5 %, спиртов сивушного масла на 48,4 %, метилового спирта на 57,0 %, нетиповых на 78,8 %.

Для оценки эффективности процесса разгонки мы учитывали степень извлечения органических примесей, которые в небольших количествах, но в значительной мере ухудшают органолептические показатели кубовой жидкости и ректифицированного спирта.

Физико-химические показатели проб кубовой жидкости и КЭС в зависимости от зоны ввода питания в РК

Таблица 2

Название примеси	Концентрация, мг/дм ³ в пересчете на а.а.							
	Номер пробы кубовой жидкости				Номер пробы концентрата эстерио-сивушного (КЭС)			
	1	2	3	4	1	2	3	4
этанол, %об.	11,0	11,0	11,0	11,0	76,0	92,0	76,0	90,0
ацетальдегид	3,41	5,08	4,64	4,85	21747,89	13763,16	16322,05	10201,00
метилацетат	следы	следы	следы	следы	8035,87	3556,19	8831,53	5322,36
альдегиды	3,41	5,08	4,64	4,85	29783,76	17319,35	25153,58	15523,36
этилацетат	следы	следы	следы	следы	330,56	103,21	143,83	125,79
изобутилацетат	следы	следы	следы	следы	223,42	83,92	312,98	117,30
этилбутират	следы	следы	следы	следы	4130,40	2279,62	1018,42	784,51
изоамилацетат	следы	следы	следы	следы	6167,69	4179,10	6818,91	3690,48
эстеры	следы	следы	следы	следы	10852,07	6645,85	8294,14	4718,08
метанол, % об.	0,077	0,110	0,085	0,097	26,938	11,487	22,052	13,695
н-пропанол	359,16	311,48	302,13	236,96	7737,55	6995,33	7264,30	4389,77
изобутанол	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
изопропиловый спирт	следы	следы	следы	следы	36,42	12,45	25,00	8,57
изоамиловый спирт	1274,1	1382,57	1356,79	820,9	27544,11	18353,92	23939,56	14330,49
н-пентанол	следы	следы	следы	следы	86,32	35,10	57,94	25,15
сивушное масло	2447,75	2868,73	2675,48	2153,22	82442,11	53732,76	71878,54	42567,71
бутилформиат	следы	4,90	следы	8,46	184,48	226,92	261,95	64,11
акролеин	следы	следы	следы	следы	547,35	226,28	460,80	68,37
2-бутанон	следы	следы	следы	следы	132,47	133,32	59,80	56,62
кродоновый альдегид	следы	следы	следы	следы	132,72	70,14	75,07	21,64
нетиповые	следы	4,90	следы	8,46	997,02	656,66	857,62	210,73

К ним относятся этилбутират, метанол, н-пропанол, изопропанол, акролеин и кротоновый альдегид. Экспериментально доказано, что вышеуказанные примеси максимально концентрировались в пробе 1 КЭС. Видимая концентрация этилового спирта в пробах 1 и 3 КЭС была самой низкой и составляла 76 % об. Расход греющего пара на процесс разгонки спиртосодержащих фракций в условиях управляемые циклов экстрактивной ректификации составлял 12 кг/дал а.а. Теоретические разработки Цыганкова П.С. и Шияна П.Л., производственный опыт эксплуатации разгонных колонн доказывают, что необходимым условием повышения коэффициентов ректификации головных примесей спирта является снижение концентрации этанола в кубовой жидкости РК до 6...8 % об., для эффективного извлечения спиртов сивушного масла – до концентрации этанола 4...5 % об., для извлечения метилового спирта – проведение умеренной гидроселекции при концентрации этилового спирта на тарелках РК в пределах 60 % мол. [1].

ЛИТЕРАТУРА

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. – 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. – Опубл. 10.03.10, Бюл. № 5.
4. Технічні умови України. Концентрат естеров-сивушний ТУ У 24.6-30219014-004: 2005.
5. Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В. Патент RU на изобретение № 2372965 «Способ перелива жидкости по тарелкам колонного аппарата в процессе массообмена между паром и жидкостью». – Опубл. 20.11.2009, Бюл. № 32.

АННОТАЦИЯ

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.

Ю.В. БУЛІЙ, П.Л. ШИЯН, А.П. ДМИТРУК

ОПТИМІЗАЦІЯ РОБОТИ КОЛОН ДЛЯ ВИДАЛЕННЯ ТА КОНЦЕНТРУВАННЯ ОРГАНІЧНИХ ДОМІШОК ЕТИЛОВОГО СПИРТУ В РЕЖИМІ ЦИКЛІЧНОЇ 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.

Y.V. Buliy, P.L. Shiyan, A.P. Dmitruk

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 waterī 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.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ

Булий Ю.В. Оптимизация работы колонн по извлечению и концентрированию органических примесей этилового спирта в режиме циклической ректификации [Текст] / Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук // Журнал «Пиво и напитки». – 2012. - №6. – с.43-45.