

Спосіб сумісної розгонки головних та сивушних фракцій

Винахід відноситься до спиртової промисловості, а саме до способів вилучення етилового спирту із побічних продуктів та напівпродуктів брагоректифікації і може бути використаний в гідролізній, хімічній, нафтопереробній, фармацевтичній промисловості, у виробництві біоетанолу та інших галузях.

Ефективність очистки етилового спирту, що входить до складу побічних продуктів і напівпродуктів брагоректифікації, залежить не тільки від ступеню вилучення та кратності концентрування летких домішок, супровідних спирту, але і від організації їх відбору. Побічними продуктами ректифікації є головна фракція (ГФ) етилового спирту і сивушне масло. Вилучення етанолу із ГФ в розгінній колоні (РК) дозволяє збільшити вихід ректифікованого етилового спирту на 3,5...4,0 % з однієї тони умовного крохмалю. Напівпродуктами брагоректифікації є спиртовмісні фракції із конденсаторів бражної та спиртової колон, сепаратора вуглекислого газу, спиртовловлювачів, сивушний спирт, підсивушна промивна вода та непастеризований спирт. Їх розділення в РК дозволяє розвантажити епюраційну колону, спрямувавши потоки вищезазначених напівпродуктів на тарілку живлення РК, завдяки чому підвищити якість епюрату і ректифікованого етилового спирту. Із практичного досвіду відомо, що при сумісній розгонці побічних продуктів та напівпродуктів брагоректифікації відомі способи не забезпечують в повній мірі видалення разом з головними проміжних та кінцевих домішок, що негативно впливає на якість товарного спирту.

Відомий спосіб вилучення спирту із ГФ, що передбачає включення в схему брагоректифікаційної установки РК, обладнаної дефлегматором, конденсатором і декантатором, подачу живлення в середню зону колони, гарячої пом'якшеної води для гідроселекції домішок на верхню її тарілку, а гріючої пари в нижню (кубову) частину колони. В процесі екстрактивної ректифікації концентрація спирту на тарілках знижується, а леткість головних домішок збільшується, в результаті чого домішки ефективно вилучаються. Водно-спиртову кубову рідину, звільнену від

основної маси домішок, виводять із нижньої частини колони і направляють в бражку. Головні домішки концентруються у верхній частині РК. Після конденсації вторинної пари, що виходить з колони, отримують гетерогенну суміш, яка складається переважно з ефірів, альдегідів, води та невеликої кількості спирту. Конденсат пари направляють в декантатор для розшарування гетерогенної суміші. Верхній шар, що є концентратом головної фракції (КГФ) з невеликим вмістом спирту, виводять із установки як побічний продукт ректифікації. Нижній водяний шар, в якому містяться деяка кількість головних домішок і залишок спирту, у вигляді флегми повертають на зрошення колони (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. – с. 236; всього 496 с.).

Спосіб не забезпечує ефективного вилучення розчинних у воді кінцевих (метилового спирту) та частини проміжних домішок (вищих спиртів сивушних фракцій), які завдяки своїм властивостям розчиняються у нижньому водяному шарі декантатора і далі у вигляді флегми повертаються на зрошення КР. Крім того, спосіб не передбачає вилучення етилового спирту із сивушних фракцій. У випадку подачі ГФ, до складу якої входять переважно альдегіди, утворений концентрат в декантаторі не розшаровується.

Найбільш близьким до запропонованого способу по технічній сутності та результату, що досягається, є спосіб сумісної розгонки головних та сивушних фракцій в РК з виділенням усіх концентрованих домішок спирту у вигляді одного продукту - сивушно-ефіроальдегідного концентрату (СЕАК) (авторське свідоцтво СРСР № 242093, Циганков П.С., Носенко В.А.). Спосіб передбачає подачу в середню частину колони ГФ, сивушного спирту та сивушного масла, на верхню її тарілку гарячої лютерної води для гідроселекції домішок, а в нижню частину колони гріючої пари. В процесі розгонки спиртовмісна суміш розділяється на два потоки: верхній, в якому містяться головні та проміжні домішки спирту, і нижній - водно-спиртову суміш, звільнену від них. Пари, що виходять із верхньої частини колони, послідовно поступають спочатку в дефлегматор, а далі в конденсатор.

Більша частина парів конденсується в дефлегматорі (висококиплячі компоненти – вода, вищі спирти, складні ефіри та етанол), а в конденсаторі конденсуються низькокиплячі альдегіди та метиловий спирт. Флегма із дефлегматора і конденсат із конденсатора самопливом надходять в декантатор, в якому гетерогенна суміш розшаровується, утворюючи верхній шар – СЕАК, що містить ефіри, альдегіди, складні естери, спирти сивушного масла, і нижній шар - водно-спиртову рідину, звільнену від головних, частини проміжних та кінцевих домішок. СЕАК декантується із установки в збірник, а рідина з нижньої частини декантатора надходить на верхню тарілку колони на її зрошення. Вихід СЕАК становить 0,4...0,6 % від кількості спирту. Водно-спиртова суміш рідина виводиться із нижньої частини РК в бражку.

Спосіб дозволяє видаляти із установки леткі органічні домішки спирту у вигляді одного продукту, що спрощує спосіб відбору, умови зберігання і транспортування відходів, але не виключає наступні недоліки:

1. Використання відомого способу не дозволяє отримати ректифікований етиловий спирт, показники якого відповідають вимогам для спирту «Люкс». Спосіб не забезпечує ефективного видалення частини головних (альдегідів), проміжних (вищих спиртів сивушного масла) та кінцевих домішок (метилового спирту). Згідно способу метиловий спирт і альдегіди надходять в декантатор, в якому розчиняються у рідині, що знаходиться в нижньому шарі декантатора, і разом з флегмою повертаються на верхню тарілку колони. В більшій мірі в нижній частині декантатора концентруються і далі повертаються в колону оцтовий, мурашиний, кротоновий альдегіди та акролеїн – домішки, які в незначних кількостях суттєво погіршують органолептичні показники ректифікованого етилового спирту. Разом з метанолом та альдегідами в колону повертаються частина спиртів сивушного масла – н-пропіловий та ізопропіловий спирти.

2. Внаслідок накопичення вищевказаних домішок на тарілках колони останні потрапляють в кубову рідину і далі в бражку. Наростання їх концентрації в бражці призводить до збільшених витрат гріючої пари на їх вилучення в бражній колоні. У

випадку подачі ГФ, до складу якої входять переважно альдегіди, суміш в декантаторі не розшаровується.

3. Відомо, що деемульгація вищих спиртів сивушного масла відбувається за температури 20...35 °С (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. –с. 265. Всього 496 с.). Згідно відомого способу температура флегми, яка надходить в декантатор, більша за 65 °С. При підвищеній температурі знижується ефективність процесу деемульгації, погіршується якість СЕАК: вищі спирти сивушного масла, які концентруються у верхньому шарі, утримують більше води та етанолу, в результаті чого вихід товарного спирту зменшується.

В основу винаходу поставлена задача підвищити якість ректифікованого етилового спирту шляхом більш повного видалення летких органічних домішок із зон їх максимального накопичення та зменшення їх вмісту у флегмі, що надходить на зрошення розгінної колони, в процесі сумісної розгонки головних та сивушних фракцій.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб сумісної розгонки головних та сивушних фракцій передбачає подачу в середню частину розгінної колони головної фракції, сивушного спирту та сивушного масла, на верхню її тарілку гарячої лютерної води для гідроселекції домішок, в нижню її частину гріючої пари, а в середню частину декантатора флегми із дефлегматора, розшаровування гетерогенної суміші, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату із верхньої частини декантатора і повернення флегми із нижньої його частини на зрошення колони. Згідно винаходу в розгінну колону направляють спиртовмісні фракції із конденсаторів бражної та спиртової колон, сепаратора вуглекислого газу, погонів із спиртовловлювачів, сивушний спирт, підсивушну промивну воду і непастеризований спирт, флегму із дефлегматора охолоджують в холодильнику до температури 20-35 °С і направляють в декантатор, після розділення суміші рідину із нижньої частини декантатора нагрівають в теплообміннику до температури

верхньої частини колони, а з конденсатора відбирають альдегідно-метанольний концентрат.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і технічним результатом полягає в наступному.

Запропонований спосіб забезпечує видалення головних, проміжних та кінцевих домішок спирту із зон їх максимального концентрування. Згідно способу низькокиплячі естери, альдегіди, незначна кількість вищих спиртів і метиловий спирт конденсуються в конденсаторі колони. У ліхтарі конденсатора відбувається розшаровування суміші: у верхньому шарі концентруються нерозчинні у воді альдегіди, естери та вищі спирти, які подають в середню частину декантатора і далі виводяться із його верхньої частини у вигляді СЕАК, а в нижньому - водорозчинні альдегіди і метанол, які виводяться із конденсатора у вигляді альдегідно-метанольного концентрату (АМК).

Відомо, що деемульгація водно-спиртової суміші, збагаченої головними та проміжними домішками, ефективно здійснюється в слабо кислому середовищі (при рН 5-5,5) і температурі 20-35 °С (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. –с. 265. Всього 496 с.). Враховуючи вищевказане, запропонований спосіб передбачає охолодження флегми після дефлегматора в холодильнику до температури 20-35 °С, розділення суміші охолодженої флегми і конденсату із конденсатора в декантаторі за даної температури на два шари – верхній (СЕАК), та нижній (водно-спиртову рідину, звільнену від естерів, нерозчинних альдегідів та вищих спиртів сивушних фракцій), нагрівання цієї рідини в теплообміннику теплом гарячої лютерної води, яка має температурі 102-103°С, до температури верха колони – 90-92 °С і подачу гарячої рідини у вигляді флегми на верхню тарілку колони на зрошення.

Спосіб дозволяє максимально очистити кубову водно-спиртову рідину РК від летких органічних домішок, що входять до складу головних та сивушних фракцій, і скоротити витрати гарячої води для проведення гідроселекції в епюраційній колоні шляхом подачі кубової рідини РК на верхню її тарілку.

На Фіг. 1 представлено апаратурно-технологічну схему установки для здійснення запропонованого способу. Установка включає збірники гарячої гідроселекційної води 1 і погонів живлення 16, відцентрові насоси 2 і 15, витратоміри 3, 11, 12 і 13, розгінну колону 4, нижня частина якої з'єднана трубопроводом з гідрозатвором 5 для виходу кубової рідини, а верхня з дефлегматором 6, конденсатором 7 і декантатором 8. Для охолодження флегми із дефлегматора передбачено холодильник 9, для нагрівання флегми із декантатора теплообмінник 10. Домішки у вигляді АМК і СЕАК відводяться в збірник 14.

Запропонований спосіб здійснюється наступним чином. В збірник 16 подають всі спиртовмісні головні та сивушні фракції: головну фракцію етилового спирту, сивушний спирт, сивушну фракцію, підсивушну промивну воду, погони із конденсатора бражної колони, конденсатора сепаратора вуглекислого газу (CO_2), спиртовловлювачів та неастеризований спирт. В збірнику 16 погони підігріваються теплом гарячої лютерної води (ЛВ), температура якої становить $102-103^\circ\text{C}$, до 80°C і далі відцентровим насосом 15 єдиним потоком безперервно подаються на тарілку живлення розгінної колони 4. В нижню (кубову) частину колони 4 постійно подається гріюча пара, а на верхню тарілку гаряча вода на гідроселекцію (температурою $90-92^\circ\text{C}$) у такій кількості, при якій коефіцієнт ректифікації летких домішок (K) перевищує одиницю. Із літературних джерел і практичного досвіду відомо, що при розгонці верхніх і нижніх проміжних домішок (вищих спиртів сивушного спирту і сивушного масла) $K > 1$ при концентрації етилового спирту в кубовій рідині 3-4 % об. В процесі розгонки спиртовмісна суміш розділяється на два потоки: верхній, в якому містяться головні, проміжні та кінцеві домішки спирту, і нижній - водно-спиртову суміш, звільнену від них. Пари, що виходять із верхньої частини колони, послідовно поступають спочатку в дефлегматор 6, а далі в конденсатор 7. Більша частина парів конденсується в дефлегматорі 6 (високо киплячі компоненти – вода, вищі спирти, складні ефіри та етанол), а в конденсаторі 7 конденсуються низько киплячі естери, альдегіди, незначна кількість вищих спиртів і метиловий спирт. У ліхтарі конденсатора 7 відбувається розшарування суміші: у верхньому шарі концентруються

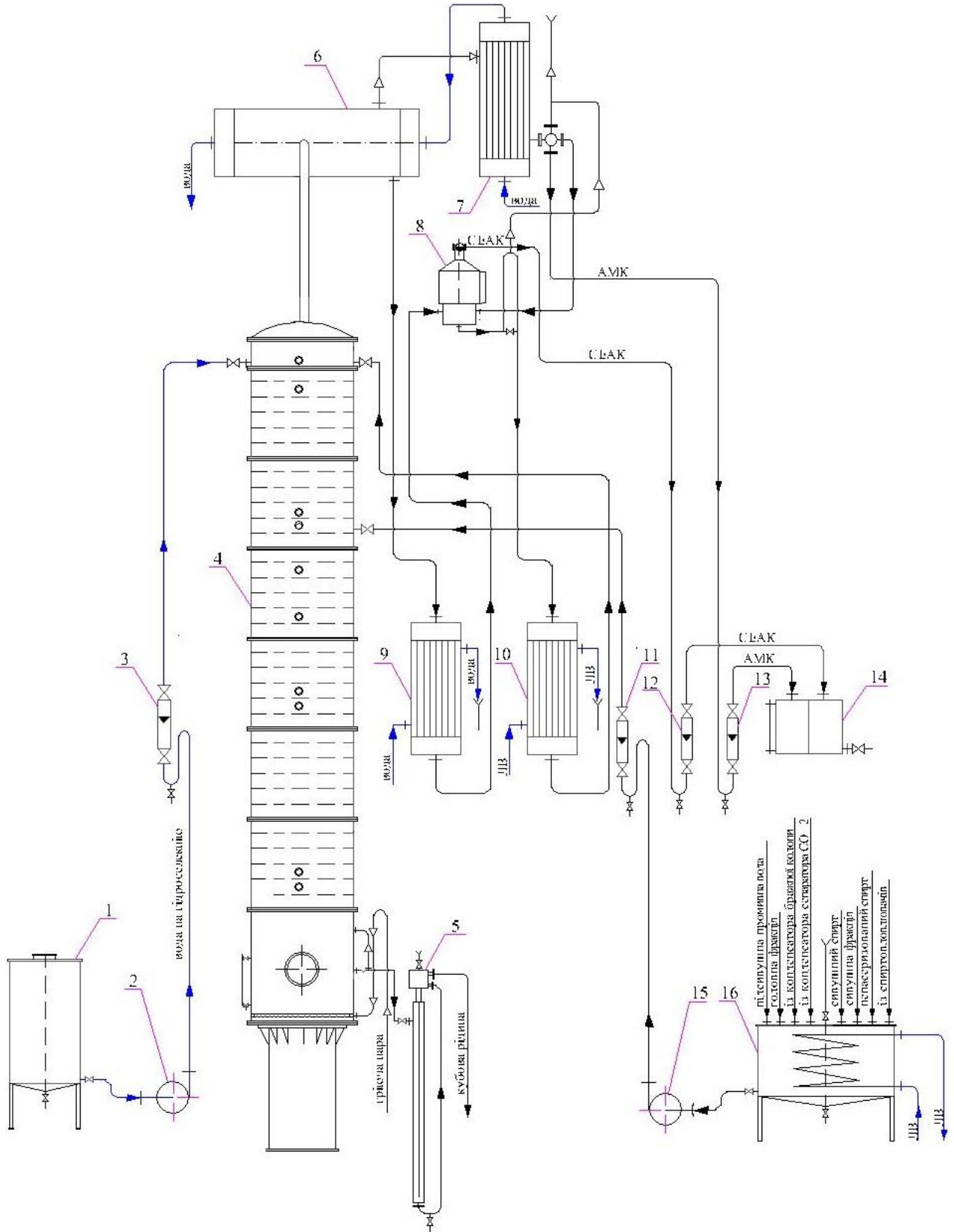
нерозчинні у воді альдегіди, естери та вищі спирти, які подають в середню частину декантатора 8 і далі виводяться із його верхньої частини у вигляді СЕАК, а в нижньому - водорозчинні альдегіди і метанол, які виводяться із конденсатора у вигляді АМК в збірник 14. Конденсат пари (гаряча флегма температурою близько 65°C) із дефлегматора 6 та верхній шар рідини із ліхтаря конденсатора 7 самопливом надходять в середню частину декантатора 8. Флегма після дефлегматора охолоджується в холодильнику 9 до температури 20-35 °С і далі за рахунок перепаду висот самопливом надходить в середню частину декантатора 8. В декантаторі відбувається розділення суміші на два шари. Верхній у вигляді СЕАК відбирають із верхньої частини декантатора в збірник 14. Величину відбору контролюють за допомогою витратоміра 12 і встановлюють в процесі розгонки в залежності від фізико-хімічних показників кубової водно-спиртової рідини розгінної колони та якості ректифікованого етилового спирту. Вихід СЕАК становить в середньому 0,4...0,6 % від кількості спирту. Звільнена від нерозчинних у воді головних та проміжних домішок водно-спиртову рідину із нижньої частини декантатора 8 підігривають в теплообміннику 10 до температури верхньої частини колони 90-92 °С теплом ЛВ. Гаряча рідина у вигляді флегми самопливом надходить на верхню тарілку колони 4 за рахунок перепаду висот. Кубову водно-спиртову рідину РК направляють на верхню тарілку епюраційної колони.

Технічний результат у використанні винаходу полягає у підвищенні якості ректифікованого етилового спирту шляхом більш повного видалення летких органічних домішок із зон їх максимального накопичення та зменшення їх вмісту у флегмі, що надходить на зрошення розгінної колони, в процесі сумісної розгонки головних та сивушних фракцій.

Проректор з наукової роботи

О.Ю. Шевченко

Спосіб сумісної розгонки головних та сивушних фракцій



Автори:

Ю.В. Булій

А.П. Дмитрук

П.А. Дмитрук