

*Проект SWorld*



---

*Львович И.Я., Преображенский А.П., Чопоров О.Н. и др.*

---

# **НАУКА И ИННОВАЦИИ В СОВРЕМЕННОМ МИРЕ: ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ**

---

ВХОДИТ В РИНЦ SCIENCE INDEX

присвоен DOI: 10.21893/978-617-7414-01-7.1

***МОНОГРАФИЯ***

Книга 1

Одесса  
Куприенко СВ  
2017

УДК 001.895  
ББК 94  
Н 34

*Авторский коллектив:*

Бабенко Ю.В. (4), Бойко П.М. (3), Бондар М.В. (3),  
Куц А.М. (3), Львович И.Я. (5), Маркова С.Н. (2),  
Никифоров А.А. (1), Персидсея А.А. (2), Преображенский А.П. (5),  
Туркин А.Н. (2), Чопоров О.Н. (5), Шиян П.Л. (3)

Н 34 **Наука** и инновации в современном мире: техника и технологии. В 3  
книгах. К 1.: монография / [авт.кол. : Львович И.Я.,  
Преображенский А.П., Чопоров О.Н. и др.]. – Одесса: КУПРИЕНКО  
СВ, 2017 – 160 с. : ил., табл.  
ISBN 978-617-7414-01-7

Монография содержит научные исследования авторов в области техники и технологий. Может быть полезна для инженеров, руководителей и других работников предприятий и организаций, а также преподавателей, соискателей, аспирантов, магистрантов и студентов высших учебных заведений.

**УДК 001.895**

**ББК 94**

**DOI: 10.21893/978-617-7414-01-7.1**

© Коллектив авторов, 2017

© Куприенко С.В., оформление, 2017

ISBN 978-617-7414-01-7



## ГЛАВА 3. РЕСУРСОЗБЕРІГАЮЧА ТЕХНОЛОГІЯ БРАГОРЕКТИФІКАЦІЇ ПРИ ВИРОБНИЦТВІ СПИРТУ ЕТИЛОВОГО

### Вступ

Головним завданням розробки та впровадження інноваційних енерго- та ресурсозберігаючих технологій є забезпечення більш глибокої переробки первинної сировини, скорочення її втрат з побічними продуктами та відходами виробництва.

Впровадження ресурсозберігаючих технологій дозволяє зменшити не тільки матеріалоемність суспільного виробництва, а й скоротити витрати енергії на одиницю товарної продукції та зменшити техногенне навантаження на навколишнє середовище.

Основними побічними продуктами брагоректифікації є фракція головна етилового спирту, сивушний спирт та сивушне масло. З цими побічними продуктами спиртова промисловість України щорічно втрачає близько 1,5 млн. декалітрів спирту, отриманого з харчової сировини, для виробництва якого витрачається понад 45 тис. тон вуглеводмісної сировини (зерна та меляси).

В НУХТ проведені науково-дослідні та проектно-конструкторські роботи, результатом яких є розроблення технології утилізації фракції головної етилового спирту та сивушного масла.

### 3.1. Характеристика фракції головної (ГФ) етилового спирту

Головна фракція є побічним продуктом спиртового виробництва і є сумішшю етилового спирту з його головними домішками, що відбирається з верхніх тарілок епюраційної колони. Головна фракція містить естери, насичені та ненасичені альдегіди, діацетил, метанол, азотисті та сірковмісні сполуки.

У ГФ мелясних заводів міститься до 500 мг/л сірковмісних сполук у перерахунку на сірку. До складу сірковмісних сполук входять головним чином альдегідсульфітна кислота, а також сірководень, меркаптани, сульфокислоти.

Азотні сполуки притаманні ГФ, одержаній при переробці меляси та гостродефектної крохмалевмісної сировини представлені в основному триметиламіном, триетиламіном та етиламіном.

Ненасичена сполука — діацетил як домішка мелясного спирту при епюрації поводить себе як головна домішка та, як показали дослідження, основна його частина переходить до ГФ. Слід відмітити, що присутність діацетилену у ректифікованому спирті крім погіршення органолептичних показників, різко знижує його якість за пробою на окислюваність.

Фурфурол та метанол присутні в зерновій ГФ, але майже відсутні у мелясній.

У таблиці 1 наведені узагальнені дані по кількісному складу домішок в ГФ із зерна та меляси.

У таблиці 2 наведені результати аналізів ГФ деяких спиртових заводів.

Наведені дані дозволяють зробити висновок, що склад ГФ дуже різний та залежить від виду та якості сировини, а також від кількості її відбору у процесі брагоректифікації. Крім того, вміст побічних продуктів спиртового бродіння —



альдегідів, органічних кислот, вищих спиртів та складних естерів в ГФ залежить від інтенсивності аерації зброджуваного сусла. Зі збільшенням аерації середовища з 1м<sup>3</sup> до 10 м<sup>3</sup> повітря на 1м<sup>3</sup> сусла за годину вміст альдегідів збільшується в середньому у 3, складних естерів — у 2,4, кислот — у 6,2, вищих спиртів — у 3,7 рази.

У процесі брагоректифікації кількість ГФ, що відбирається коливається у широких межах. У США, Франції, Чехії, Німеччині та на Кубі вважається нормальним відбір 10-15% та більше ГФ, яка використовується як технічний спирт.

В Україні на аналогічних БРУ кількість ГФ, що відбирається значно менша, ніж у більшості зарубіжних країн.

У таблиці 3 наведений вихід побічних продуктів брагоректифікації для типових БРУ непрямої дії.

Таблиця 1.

## Кількісний склад органічних домішок в ГФ

№ п/п	Найменування компонентів	Вміст компонентів ГФ (% мас.) при переробці	
		зерна	меляси
1	Діетиловий естер	0,0005	0,0085
2	Ацетон	немає	0,0055
3	Ацетальдегід	0,35	1,06
4	Метил ацетат	0,0130	0,006
5	Метилпропіонат	СЛІДИ	СЛІДИ
6	Етилацетат	1,52	3,00
7	Етилпропіонат	0,00108	0,0006
8	Етиловий естер масляної кислоти	СЛІДИ	СЛІДИ
9	Діацетил	СЛІДИ	0,0004
10	Метанол	0,25	0,056
11	Н-пропанол	0,005	немає
12	Ізопропанол	сліди	0,0155
13	Н-бутанол	немає	сліди
14	Ізобутанол	0,091	немає
15	Вторинний бутанол	СЛІДИ	сліди
16	Ізоамілол	0,0046	0,008
17	Оцтова кислота	немає	0,016
18	Триметиламін	немає	0,022
19	Триетиламін	немає	1,34
20	Етиламін	немає	0,03

Як видно з таблиці, відбір ГФ при виробництві спирту вищої очистки складає у середньому 2,5-5,0%. Найбільш високий відбір ГФ спостерігається при виробленні ректифікованого спирту підвищеної якості із меляси та спирту «Люкс». Підвищений її відбір пояснюється тим, що бражний дистилят із меляси містить велику кількість летких домішок, таких як альдегіди та естери, а також домішки, які важко відокремлюються, і присутність яких навіть у невеликій кількості надає спирту специфічного смаку та аромату (кротоновий альдегід,



діацетил, естери ізовалеріанової та ізомасляної кислот, азотні сполуки та цілий ряд інших речовин), тому для одержання спирту високої якості доводиться збільшувати відбір ГФ.

Збільшення виходу ректифікованого спирту за рахунок зменшення відбору ГФ, стало можливим завдяки теоретичним роботам Циганкова П.С., Артюхова В.Г., Шияна П.Л. з урахуванням досвіду експлуатації брагоректифікаційних установок.

Таблиця 2

Завод	Перероб лувана сировина	Кількість ГФ, що відбирається, % об.	Міцність, % об.	Кислотність, мг/л	Ефіри, % об.	Альдегіди, % об.	Метанол, % об.	рН
Наумівський	меляса	3,0	95,9	68	1,43	1,48	-	5,9
Лохвицький	меляса	4,0	92,8	52	3,70	3,33	-	6,1
Попівський	меляса	3,1	95,3	13	2,94	4,36	-	7,6
Тростянецький	меляса	3,6	95,7	41	0,13	1,58	-	6,5
Андрушівський	меляса	3,0	95,2	84	1,94	3,23	-	5,1
Дубов'язівський	зерно	4,2	95,1	71	0,42	0,40	1,5	5,4
Вишняківський	зерно	1,5	95,9	102	0,06	0,35	0,5	5,1

Таблиця 3

Продукт	Сировина			
	Зерно		Меляса	
	Вихід продуктів при виробництві спирту, %			
	Вищої очистки	«Люкс»	Вищої очистки	Вищої очистки підвищеної якості
Ректифікований спирт	98,2-97,0	96,7-95,0	97,25-96,1	96,25-89,6
Сивушний спирт	0,5-1,0	1,0-1,5	0,5-1,0	1,5-5,0
Головна фракція	2,5-3,5	5,0-6,0	3,0-5,0	5,0-6,0
Сивушне масло	0,3-0,5	0,3-0,5	0,25-0,4	0,25-0,4

### 3.2. Теоретичне обґрунтування вилучення етилового спирту з фракцій, збагачених легкими органічними домішками

Аналіз даних фазової рівноваги суміші етиловий спирт-вода-домішка вказує на те, що у слабоконцентрованих водно-спиртових розчинах з концентрацією етанолу в межах 20...30% об. всі органічні домішки, крім метанолу і фурфуролу, мають явно виражений головний характер.

Це дає підставу передбачати можливість вилучення цих домішок за допомогою екстрактивної ректифікації (гідроселекції), тобто введення води у верхню частину ректифікаційної колони у такій кількості, при якій домішки спирту набувають або посилюють і властивості головних.

Суть способу полягає в тому, що брагоректифікаційна установка додатково оснащується ректифікаційною колоною, яка має назву розгінної колони.

В цій колоні відбувається розгонка фракцій, збагачених органічними домішками на два продукти: концентрат естерово-сивушний (КЕС), до якого



переходить основна частина домішок спирту та спирто-водна суміш, яка звільнена від цих домішок.

Спирто-водна суміш повертається до циклу ректифікації для остаточної епюрації і ректифікації.

Для визначення основних параметрів роботи колони для розгонки ГФ, проведемо розрахунок процесу виділення домішок. Як вихідні дані приймемо склад ГФ: спирт етиловий — 92%, естери — 2%, альдегіди та інші леткі речовини — 1%, вода — 5%. Питома витрата пари  $P = 200\%$  за масою ГФ, питомі витрати води  $W$  зрошення колони для виділення етилового спирту з ГФ — 1300% за масою пари. Матеріальний баланс по всьому продукту:  $W + M + P = O + D$

де  $M, O, D$  — кількість відповідно ГФ, залишку та концентрованих домішок, кг.

При розрахунку на 1 кг ГФ, що вводиться до колони для виділення з неї етилового спирту, та відборі концентрату в кількості 4% від ГФ  $B = 0,04M$ , отримаємо:  $26 + 1 + 2 = O + 0,04M$ , звідки  $O = 29$  кг.

Баланс по спирту  $MX_m = OX_o + OX_v$ , де  $X_m, X_o, X_v$  — відповідно вміст спирту в продуктах.

Прийнявши  $X_p = 1\%$ , отримаємо  $X_o = 3,27\%$  мас. Втрати спирту з концентратом будуть складати 0,0004 кг, або 0,043% від введеного з ГФ, тобто практично досягається

повне вилучення спирту з ГФ. Для визначення параметрів відгонної частини колони знайдемо величину рідинного потоку:  $I = M + X + P - B \sim 29$  кг, а парового потоку:  $C = P = 2$  кг.

Тоді положення робочої лінії на діаграмі  $X - Y$  визначиться рівнянням:

$$Y = L/G (X - X_o) = 29/2 (X - 3,27)$$

або лінією 1 на рис.1. За побудовою знаходимо концентрацію спирту на тарілці живлення  $X_{жив} = 6,1\%$  мас.

Приймемо вміст альдегідів в кубовій рідині  $\alpha_o = 0,0005\%$ , тоді кратність їх вилучення буде складати:  $\alpha_m / \alpha_o = 1/0,0005 = 2000$ .

Можливу ступінь концентрування їх визначимо за формулою:

$$\frac{\alpha_k}{\alpha_m} = \left(1 + \frac{KG}{L}\right) \left(\frac{KG}{L}\right)^{n-1} \approx 31400,$$

тобто практично отримуємо в концентраті чисту фракцію з головних продуктів (естери, альдегіди, кислоти). Вміст спирту на тарілках відгінної частини підтримується в межах 15-25% мол, в кубовій рідині — 6-8% об. Відбирається концентрат у кількості 0,1-0,2% від кількості ректифікованого спирту.

Необхідна кількість теоретичних тарілок для забезпечення даного ступеню вилучення (рахуючи за оцтовим альдегідом при  $X_{жив} = 6,1\%$  мас.) при коефіцієнті випаровування  $K = 25$ , буде складати:



$$n = \frac{\lg \left[ 1 + \frac{\alpha_M}{\alpha_0} \left( \frac{KG}{L} - 1 \right) \right]}{\lg \frac{KG}{L}} - 1 \approx 12,5$$

При к.к.д. тарілок 0,4.,,0,5, реальне число тарілок  $N = 25 \dots 31$ .

Для концентраційної частини колони  $L = W + P - D \sim 28$  кг,  $G = 2$  кг, рівняння робочої лінії.

$$Y = \frac{G - D + W}{2} X + \frac{D}{G} X_D$$

При  $X_D = 1\%$  та  $D = 0,04$  кг,  $Y = 14 X$ .

Положення робочої лінії (рис.1) на діаграмі X-Y визначається лінією 2. Із побудови випливає, що для поглинання водою спирту з водно-спиртових парів достатньо мати 11,5 теоретичних тарілок або 23-28 реальних при к.к.д. 0,4-0,5.

Головні домішки за цих умов будуть концентруватися тому, що їх коефіцієнти випаровування  $K$  при концентрації спирту від 6 до 1% дорівнюють  $K > 30$ , що значно перевищує значення  $L/G = 14$ .

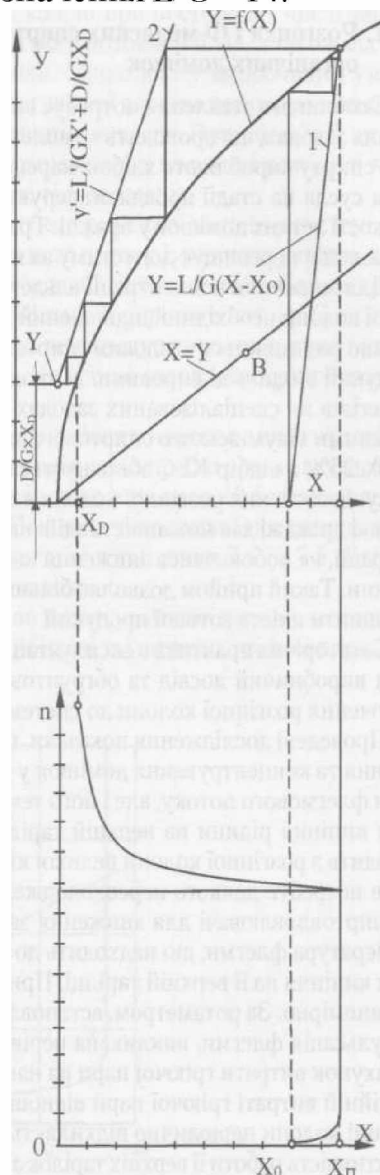


Рис.1. До розрахунку колони для виділення спирту з головної фракції: 1 — робоча лінія відгонної частини; 2 — робоча лінія концентраційної частини



### **3.3. Технологія децентралізованої розгонки фракцій, збагачених органічними домішками спирту та схеми включення розгінних колон в систему БРУ**

При утилізації головної фракції у кожному конкретному випадку необхідно враховувати особливості роботи заводу, сировину, що переробляється, якісний склад головної фракції, шляхи утилізації концентрату органічних домішок.

#### **3.3.1. Розгонка ГФ мелясних спиртових заводів з підвищеним вмістом органічних домішок**

Особливого ставлення потребує вирішення питання розгонки ГФ на великих мелясних заводах, що проводять комплексну переробку сировини та крім ректифікованого спирту виробляють хлібопекарські дріжджі. При цьому потрібна підвищена аерація суслу на стадії дріжджегенерації, що призводить до значного збільшення кількості летких домішок у бражці. Трапляються випадки, коли вміст альдегідів у ГФ цих заводів перевищує допустиму за нормативною документацією концентрацію.

Для зниження концентрації альдегідів у ГФ у випадку відсутності у системі розгінної колони необхідний підвищений відбір ГФ (до 5% та вище); тим самим остання штучно розчиняється етиловим спиртом, що призводить до зниження виходу товарної продукції з одиниці сировини. У свою чергу, переробка ГФ з підвищеним вмістом альдегідів на спеціалізованих заводах вимагає додаткових експлуатаційних витрат. За даними Наумівського спиртового заводу витрата гріючої пари при цьому зростає на 20...25%, а відбір КЕС збільшується з 3...5 до 7...8% від а.а., що надійшов на переробку. Включення розгінної колони в систему БРУ заводів, що виробляють хлібопекарські дріжджі дає можливість здійснити додаткову гідроселекцію домішок у процесі епюрації, не побоюючись зниження концентрації спирту у ГФ нижче допустимої величини. Такий прийом дозволяє більш повно вилучати домішки спирту з епюрату та підвищити якість готової продукції.

Багаторічна практика з експлуатації розгінних колон дозволила авторам узагальнити виробничий досвід та обґрунтовано підійти до створення прогресивних схем включення розгінної колони до системи БРУ.

Проведені дослідження показали, що ефективність роботи розгінної колони з виділення та концентрування домішок у вирішальній мірі залежить не тільки від величини флегмового потоку, але і його температури, яка повинна бути у межах температури кипіння рідини на верхній тарілці колони. Наявність у паровому потоці, що виходить з розгінної колони великої кількості летких домішок з високою пружністю парів потребує деякого переохолодження конденсату у дефлегматорі, конденсаторі та спиртовловлювачі для зниження загальних втрат спиртопродуктів. В результаті температура флегми, що надходить до розгінної колони, на 15...20°C нижче температури кипіння на її верхній тарілці. При цьому флегма надходить до розгінної колони нерівномірно. За ротаметром, встановленим на флегмовій комунікації спостерігається пульсація флегми, викликана нерівномірністю виходу парового



потокі з колони за рахунок витрати гріючої пари на нагрів та випаровування флегми. При цьому при постійній витраті гріючої пари відношення рідинно-парового потоку Б/Су верхній частині колони періодично відхиляється у бік збільшення, що негативно впливає на ефективність роботи її верхніх тарілок з концентрування домішок. Для одержання якісного спирту необхідний збільшений відбір КГФ, з яким втрачається значна кількість етанолу і таким чином зменшується його вихід з одиниці сировини.

Для компенсації недогріву флегми до температури кипіння в розгінній колоні доцільно використання теплоти вторинних матеріальних потоків, барди та лютерної води.

Такий прийом дозволяє стабілізувати роботу розгінної колони, створює умови для більш ефективного виділення та концентрування домішок.

Характеристикою роботи розгінної колони в системі БРУ є кратність вилучення та концентрування домішок, а також якість отриманого спирту.

Кратність вилучення домішок у розгінній колоні при постійному числі тарілок залежить від співвідношення рідинного та парового потоків —  $L/G$ , а також від концентрації етилового спирту по тарілках колони. Проведені у виробничих умовах дослідження показали, що оптимальна витрата граючої пари на процес розгонки мелясної ГФ складає біля 20 кг да 1 дал абсолютного алкоголю. При постійній витраті ГФ та гріючої пари величина  $L/G$  та концентрація спирту по висоті розгінної колони залежать від кількості води, що подається на гідроселекцію.

Для встановлення оптимального режиму роботи розгінної колони у системі БРУ було проведено серію дослідів. Величина рідинного потоку Б розраховувалась на основі показів ротаметрів, встановлених на комунікації гідроселекційної води, головної фракції та концентрату головної фракції. Кількість парового потоку О визначали за тепловим балансом, заміряючи витрату та температуру охолоджуючої води на дефлегматор та конденсатор розгінної колони. На основі одержаних даних розраховували відношення  $L/G$ .

Розподілення концентрації етилового спирту та його домішок по висоті розгінної колони визначалося на основі проб, що відбиралися через пробні крани, встановлені на кожній парній тарілці у рідинній фазі. Розгінна колона мала 40 багатоковпачкових тарілок, 27 з яких — у відгінній частині. Основні технологічні процеси залишались постійними. Результати випробувань наведені в таблицях 4 та 5. Досліди проводились на Андрушівському спиртовому заводі.

На рис.2 показано розподілення спирту по висоті розгінної колони залежно від подачі води на гідроселекцію при відкритому обігріві та витратах гріючої пари 20 та 28 кг/дал а.а.



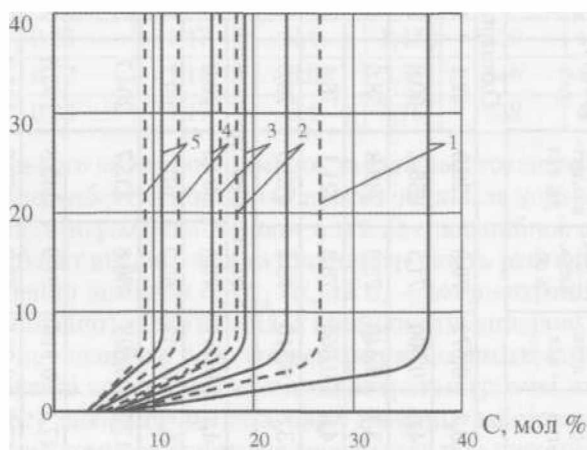
Таблиця 4

## Хіміко-технологічні показники розгонки головної фракції етилового спирту

№ ПП	Головна фракція				Концентрат головної фракції <sup>1</sup>					Спирт-ректифікат				Кратність концентрування			
	Видима міцність, % об.	Ацетальдегіди, г/л	Естери, г/л	Кислоти, г/л	Видимість, % об.	Ацетальдегіди, г/л	Естери, г/л	Кислоти, г/л	Концентрація, % об.	Альдегіди, г/л	Естери, мг/л	Сивушне масло, мг/л	Окислюваність, хв.	Кислоти, мг/л	Альдегіди	Естери	Кислоти
Одинарна гідроселекція																	
1	94,0	31,82	3,2	0,672	70,9	220,0	42,1	1,55	96,2	>4	39,8	<4	8	6,23	6,9	12,8	2,3
2	93,9	35,18	4,6	0,500	71,5	256,1	60,6	1,05	96,3	4	35,6	<4	12	9,31	7,3	13,1	2,1
3	93,8	33,77	3,7	0,440	73,0	283,8	58,6	1,54	96,4	4	28,9	<4	15	9,34	8,4	15,8	3,5
4	93,9	31,79	4,5	0,860	78,3	321,1	76,4	2,90	96,3	<4	29,3	<4	15	6,22	10,1	16,9	3,4
5	93,9	31,21	3,8	0,510	78,4	423,5	78,8	1,99	96,3	4	28,5	<4	16	8,12	10,8	17,4	3,9
З додатковою гідроселекцією домішок в епіораційній колоні <sup>2</sup>																	
6	32,1	32,89	4,1	0,581	79,4	397,9	70,0	1,80	96,3	<4	24,2	<4	15	7,13	12,1	17,0	3,1
7	83,2	31,12	5,3	0,492	80,2	367,2	89,7	2,02	96,3	<4	21,7	<4	16	8,21	11,8	16,8	4,1
8	78,1	30,86	12,7	0,893	80,8	335,7	204,7	3,12	94,6	<4	18,3	>4	18	9,18	10,9	16,1	3,5
9	69,8	30,10	17,1	0,710	81,9	249,8	193,6	2,24	96,4	4	27,2	<4	14	7,14	8,3	11,3	3,2
10	68,2	25,14	17,0	0,824	82,4	263,6	175,2	2,96	96,3	>4	34,9	<4	10	8,24	8,1	10,3	3,6

<sup>1</sup> Концентрат ГФ відбирався з конденсатору розгінної колони після проходження його через декантатор.

<sup>2</sup> У 6-10 серіях дослідів витрата гріючої пари у розгінну колону складала 20 кг/дал а.а., витрата води на гідроселекцію забезпечувала концентрацію спирту в кубі 4...4,5 % об., відбір КГФ — 18...19 дал/добу (0,25...0,27 % від а.а., що вводиться до колони)



**Рис. 2. Розподіл концентрації етилового спирту по висоті розгінної колони при витраті гріючої пари:**

20 кг/дал а.а.      28 кг/дал а.а.  
(2,56 кг/кг)    (3,59 кг/кг)

Витрати води на гідроселекцію (кг/кг а.а.):

1 - 5,7; 2-11; 3- 13,4; 4 - 20,5; 5 - 26,0

L/G (при витраті гріючої пари 20 кг/дал а.а.):

1 - 3,4; 2 - 5,7; 3 - 6,3; 4 - 9,1; 5 - 11,2

**Таблица 5**

**Показники роботи розгінної колони**

№ п. п	Тиск, м. вод. ст.		Температура, °С			L/G	Витрати					Відбір КГФ л/год	Конц. спирту у кубовій рідині, % об.
	Низ	Верх	Низ	Верх	Флегма		ГФ/год	Лютерна вода		Пара			
								л/год	кг/кг а.а.	кг/да л а.а.	кг/кг а.а.		
1	1,5	0,25	90	85	76	3,4	150	610	5,7	20	3,56	15,0	16,1
2	1,5	0,25	93	88	77	5,7	150	1263	11,7	20	2,56	11,5	8,5
3	1,5	0,25	94	90	76	6,3	150	1440	13,5	20	2,56	11,0	7,6
4	1,5	0,25	96	91	74	9,1	150	2211	20,5	20	2,56	10,7	5,1
5	1,5	0,25	97	92	76	11,2	150	2800	26,5	20	2,56	9,9	4,0

З метою більш повного вилучення домішок та стабільного одержання спирту вищої очистки в установці передбачена подвійна гідроселекція. Для чого вода на гідроселекцію подається не тільки до розгінної колони, але й до епюраційної, що дозволяє більш повно вивільнити епюрат від домішок та підвищити якість ректифікованого спирту.

Кратність вилучення домішок  $\alpha_m/\alpha_o$  ( $\alpha_m$  та  $\alpha_o$  — концентрація домішок у живленні та епюраті відповідно) залежить від їх коефіцієнтів випаровування —



К; вмісту спирту у живленні, що визначає його концентрацію по висоті колони, кількості тарілок у відгонній частині колони та питомими витратам гріючої пари. Для ефективного ведення процесу епюрації витрата пари повинна забезпечувати відношення  $L/G < K$ . Для головних домішок спирту це досягається при питомих витратах гріючої пари не менше 0,75...0,8 кг/кг а.а.

Таблиця 6

№ п.п.	Концентрація бражного дистилляту, % об.	Кількість води на гідроселекцію, кг/кг а.а.	Питомі витрати пари		L/G	Відбір ГФ		Концентрація спирту, % об.	
			кг/кг а.а.	кг/дал а.а.		дал/добу	%	в кубі	у флегмі
6	42,1	0,11	1,18	9,2	2,97	353	4,9	29,8	85,1
7	41,8	0,32	1,15	9,0	3,21	375	5,0	28,7	78,1
8	41,2	0,55	1,17	9,1	3,45	350	4,8	26,3	71,8
9	42,3	0,72	1,15	9,0	3,55	348	4,7	25,9	65,1
10	42,5	0,96	1,17	9,1	3,76	358	4,9	24,3	53,4

За інших рівних умов вирішальним фактором є коефіцієнт випаровування — К, який для більшості ключових домішок спирту зростає зі зменшенням концентрації спирту по тарілках колони. Використання гідроселекції дозволяє знизити концентрацію спирту по висоті епюраційної колони та створює умови більш повного виділення в ній домішок.

При подачі води на гідроселекцію до епюраційної колони у кількості 0,55 кг/кг а.а. в ГФ більш ніж у 3 рази збільшується вміст складних естерів; концентрація кислот лишається практично без змін; вміст альдегідів також не змінюється і навіть дещо знижується при збільшенні подачі води більше 0,72 кг/кг а.а. (табл. 5).

Найменший вміст естерів у ректифікованому спирті у процесі двостадійної гідроселекції досягається при витраті води на епюраційну колону у кількості 0,55 кг/кг а.а., при цьому окислюваність мелясного спирту збільшується до 18 хв., що свідчить про покращення вилучення в епюраційній колоні ненасичених сполук, коефіцієнт випаровування яких в зоні високих концентрацій етанолу незначний.

Подальше збільшення подачі води до епюраційної колони дає негативний ефект. Так, при подачі води 0,72 кг/кг а.а. вміст естерів у ректифікованому спирті знаходився на рівні припустимого, а окислюваність не відповідала вимогам стандарту для спирту вищого очищення. Збільшення подачі води до 0,96 кг/кг а.а. призводить до зростання вмісту складних естерів у ректифікованому спирті та до зниження окислюваності до 10 хв. Такий стан можна пояснити тим, що подача води на гідроселекцію до епюраційної колони вище 0,55 кг/кг а.а. призводить до зниження міцності ГФ нижче 70 об.%, і як наслідок, до зменшення необхідної кількості води на гідроселекцію в розгінній



колоні, що в свою чергу викликає зменшення в її концентраційній частині критерія Сореля (KG/L). В результаті кратність концентрування естерів та альдегідів у колоні падає до 10,3 та 8,1 відповідно.

Кількісний відбір концентрованих домішок у розгінній колоні та їх склад залежать від якості вихідної ГФ та організації відбору КГФ.

При відборі КГФ безпосередньо з конденсатору розгінної колоні вміст у ньому альдегідів досягає 40...42 об.%, в той же час кількість естерів не перевищує 20 об.%.

Для одержання якісного ректифікованого спирту за вмістом естерів необхідний підвищений відбір КГФ, що призводить до загального зниження виходу товарної продукції з одиниці сировини.

Проведені газохроматографічні дослідження показали, що склад флегми з дефлегматору та конденсату з конденсатору розгінної колоні неоднаковий та суттєво відрізняється за вмістом естерів, альдегідів та етанолу. Флегма збагачена складними естерами та водою, як правило, гетерогенна та розшаровується.

Таблиця 7

**Склад продуктів розгонки ГФ етилового спирту при дробному відборі домішок спирту  $P = 20$  кг/дал,  $L/G = 7,5$**

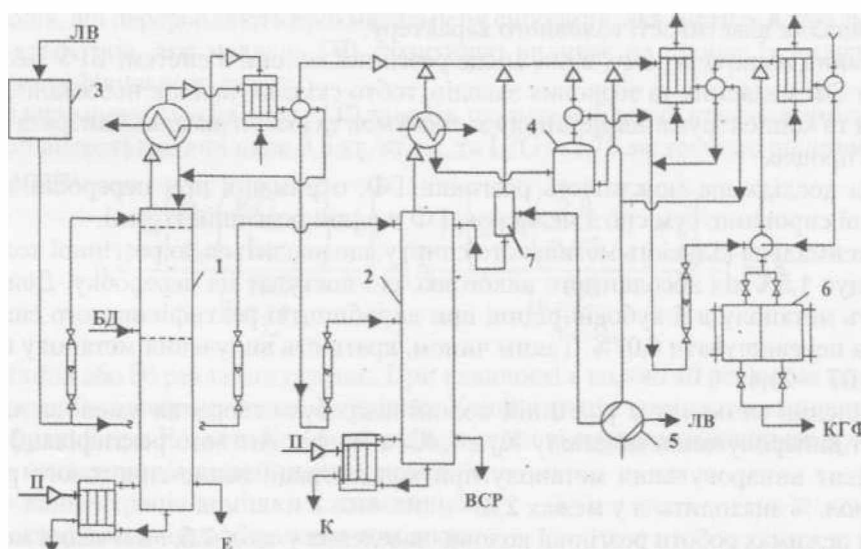
Місце відбору проби	Склад домішок, % мас.										
	Діетиловий естер	Ацетон	Ацетальдегід	Метил-ацетат	Етилацетат	Етилпропіонат	Метанол	Пропанол	Ізобутанол	Ізоамілол	Етанол
Живлення — ГФ	сліди	сліди	1,019-1,076	0,055-0,067	0,730-1,080	0,001-0,002	0,006-0,024	СЛІДИ	0,002-0,003	0,004-0,007	93,150-95,410
Дефлегматор	-	—	6,378-8,203	0,837-1,171	24,419-29,481	0,039-0,046	СЛІДИ	0,09-0,019	0,047-0,097	0,157-0,244	28,487-34,800
Конденсатор (АК)	0,012-0,015	0,030-0,051	65,104-67,017	3,102-3,410	7,084-9,012	0,011-0,020	—	—	—	—	17,018-19,104
Декантатор, верх (ЕК)		СЛІДИ	2,131-3,524	0,407-0,711	41,201-53,012	0,002-0,023	сліди	0,012-0,025	0,062-0,134	0,201-0,361	20,169-29,304
Низ	—	—	1,125-2,626	0,300-0,648	14,127-30,839	0,050-0,048	сліди	0,009-0,019	0,045-0,096	0,156-0,241	21,502-26,230
ЕАК			21,023-22,572	1,216-1,520	30,970-39,812	0,005-0,057	сліди	0,008-0,017	0,043-0,094	0,141-0,253	18,220-25,271
Куб колони			0,0012-0,0018	0,0006-0,0009	0,0032-0,0038	—	0,005-0,019	0,0006-0,0008	—	~	5,101-5,208



Для відбору домішок у більш концентрованому вигляді була запропонована схема включення розгінної колони до системи БРУ, що передбачає виведення ключових домішок спирту із зон їх максимального накопичення. При цьому флегма з дефлегматору розгінної колони спрямовується до декантатору, де відбувається її розділення на два шари: верхній — естерний концентрат та нижній — водно-спиртову рідину, що повертається у вигляді флегми до розгінної колони. Альдегідний концентрат відбирається з конденсатору у співвідношенні 1:2...1:2,5 до естерного концентрату та разом з ним виводиться з установки у вигляді естеро-альдегідного концентрату. Газохроматографічні аналізи продуктів розгонки ГФ (таблиця 7) при дробному відборі домішок показали, що найбільша кількість вищих спиртів та оцтовоетилового естеру знаходиться у верхній частині декантатору (до 0,52 та 53,1 мас.% відповідно): етанолу — у дефлегматорі (до 34,8 мас.%); оцтового альдегіду — у конденсаторі (до 67,1 мас.%). При проходженні флегми крізь декантатор вміст в ній етанолу знижується з 28,4...34,8 мас.% до 21,5...26,2 мас.%. При надходженні до декантатору флегми з вмістом етанолу вище 34 мас.% розділення суміші на два шари припиняється.

Досвід експлуатації розгінної колони показав, що при роздільному відбиранні домішок втрати етанолу з КГФ скорочуються більш, ніж на 30%.

Включення розгінної колони до системи БРУ за схемою, (рис. 3), яка передбачає додаткову гідроселекцію домішок в епюраційній колоні, дробну конденсацію домішок спирту у розгінній колоні та нагрівання флегми розгінної колони до температури кипіння дозволяє стабільно одержувати спирт-ректифікат високої якості, незважаючи на підвищений вміст домішок у ГФ, знизити витрати греючої пари у середньому на 1,5 кг/кг а.а., при цьому кількість КГФ не перевищує 0,23% за а.а.



**Рис. 3. Схема включення розгінної колони у систему БРУ м'ясних спиртових заводів з двостадійною гідроселекцією домішок спирту 1 — епюраційна колона; 2 — розгінна колона; 3 — напірний збірник лютерної води; 4 — декантатор; 5 — підігрівай флегми; 6 — мірний збірник концентрату головної фракції; 7 — сепаратор**



### 3.3.2. Сумісна переробка головної фракції різного походження

Як розгінну колону на деяких спиртових заводах часто використовують бувші епюраційні колони з перерізом на 20...30% більше розрахункового, що призводить до надмірної витрати граючої пари та охолоджуючої води на процес. На таких заводах доцільно суміщати переробку як власної головної фракції, так і ГФ спиртових заводів, розташованих поблизу, установка розгінних колон на яких економічно недоцільна. В такому випадку на розгонку може поступати ГФ, отримана при переробці як меляси, так і зерна. Причому остання може бути збагачена метиловим спиртом. Авторами була вивчена можливість сумісної переробки мелясної та зернової ГФ у системі великих БРУ.

Ступінь вилучення домішок спирту визначається коефіцієнтом ректифікації —  $K$ , який для більшості домішок етилового спирту зростає зі зниженням його концентрації у розчині. Виключення складає метанол, коефіцієнт ректифікації якого зменшується з 1,65 при концентрації етанолу 90 мол. % до 0,9 при концентрації останнього — 10 мол. %.

Концентрація етанолу по тарілках розгінної колони, що забезпечує достатню ступінь вилучення головних та проміжних домішок знаходиться у межах 20...24 мол. %. При цьому  $K$  метанолу дорівнює 1,1...1,17, тобто більше одиниці, в результаті чого він виявляє властивості головного характеру.

Питання полягає в тому, в яке місце розгінної колони в системі БРУ необхідно вводити ГФ мелясних та зернових заводів, тобто скільки тарілок необхідно для вилучення та концентрування метанолу за цих умов та яка оптимальна витрата грюючої пари на процес.

Була досліджена можливість розгонки ГФ, отриманої при переробці крохмалевмісної сировини, сумісно з мелясною ГФ в одній розгінній колоні.

Максимальна кількість метилового спирту, що вводиться до розгінної колони не перевищує 1,5% від абсолютного алкоголю, що поступає на переробку. Допустима кількість метанолу в її кубовій рідині при виробництві ректифікованого спирту не повинна перевищувати 0,07%. Таким чином, кратність вилучення метанолу  $\alpha_M/\alpha_0 = 1,5:0,07 = 21,4$ .

Виділення метанолу у розгінній колоні потребує створення умов, за яких коефіцієнт випаровування метанолу  $K_M > L/G$ , а коефіцієнт його ректифікації  $K > 1$ . Коефіцієнт випаровування метанолу при концентрації водно-спиртового розчину 20...24 мол.% знаходиться у межах 2,8.

При режимах роботи розгінної колони, наведених у табл. 5, вилучення метанолу неможливо, тому що у всіх дослідях відношення  $L/G > K$ . Зниження відношення  $L/G$  за інших рівних умов можливо за рахунок збільшення питомих витрат пари, тобто  $C$ .

Проведені розрахунки показали, що для зниження відношення  $L/G$  до рівня 2,8 у режимі роботи розгінної колони, при подачі води на гідроселекцію — 5,7 кг/кг а.а., питомі витрати пари повинні бути збільшені до 3,5 кг/кг (27,7 кг/дал а.а.), при цьому  $L/G = 2,76$ .

Розрахунок розгінної колони проведений за ключовими домішками. Другою, найбільш важкою вилучаємою домішкою при концентрації спирту



нижче 57% мас., крім метанолу, є оцтовий альдегід. Для одержання спирту вищої очистки в кубі розгінної колони повинно бути не більше 3-Ю<sup>3</sup> мас. % оцтового альдегіду. Максимальна кількість альдегідів в ГФ не перевищує 3,5% мас. При цьому необхідна кратність вилучення  $\alpha_m/\alpha_0 = 3,5 : 3 \cdot 10^{-3} = 1166$ . Кратність вилучення домішки залежить від числа тарілок у відгінній частині колони, співвідношення рідинного та парового потоків, коефіцієнту випаровування домішки та розраховується за рівнянням Сореля — Харіна:

$$\frac{\alpha_m}{\alpha_0} = \frac{\left(\frac{KG}{L}\right)^{n-1} - 1}{\frac{KG}{L} - 1}$$

де n — число теоретичних тарілок у відгінній частині колони.

При к.к.д. тарілок — 0,5 та кількості реальних тарілок у відгінній частині 27,  $n = 27:0,5 = 13,5$  теоретичних тарілок. При збільшенні питомих витрат пари до 3,5 кг/кг відношення L/G знижується до 2,76 та кратність вилучення оцтового альдегіду буде складати

$$\frac{\alpha_m}{\alpha_0} = \frac{\left(\frac{5,0}{2,76}\right)^{13,5-1} - 1}{\frac{5,0}{2,76} - 1} = 1526,$$

що достатньо для його вилучення. Треба відмітити, що подача до розгінної колони ГФ заводів, що переробляють крохмалевмісну сировину, яка містить в декілька разів менше альдегідів, ніж мелясна ГФ, позитивно впливає на процес їх вилучення та якість ректифікованого спирту.

Для визначення місця вводу ГФ заводів, що переробляють крохмалевмісну сировину при витраті грючої пари 3,5 кг/кг а.а. та L/G = 2,76 застосуємо рівняння Сореля — Харіна:

$$n = \frac{\ln \left[ \frac{\alpha_m \left( \frac{KG}{L} - 1 \right) + 1}{\alpha_0 \left( \frac{KG}{L} - 1 \right) + 1} \right]}{\ln \frac{KG}{L}} - 1 = \frac{\ln \left[ 21,4 \left( \frac{2,8}{2,76} - 1 \right) + 1 \right]}{\ln \frac{2,8}{2,76}} - 1 = 18$$

теоретичних або 36 реальних тарілок. При наявності в колоні 40 реальних тарілок, на концентраційну зону припадає 4 тарілки. Концентрація домішки в концентраті головної фракції при  $K = \infty$  та  $K = const$  визначається наступним рівнянням:  $\alpha_d = \alpha_m \cdot K^M$ , де  $\alpha_d$  — концентрація домішки в дистилаті, %;  $\alpha_m$  — концентрація домішки в живленні, %;

K — коефіцієнт випаровування домішки; n — кількість теоретичних тарілок в концентраційній зоні.

Зважаючи на те, що концентруюча дія дефлегматора дорівнює 1 теоретичній тарілці, загальна кількість теоретичних тарілок в концентраційній частині розгінної колони дорівнює:  $4 \cdot 0,5 + 1 = 3$  т.т., тоді концентрація метанолу в КГФ:  $\alpha_d = 1,5 \cdot 2,8^3 = 32,9\%$ , а кратність концентрування  $\alpha_d/\alpha_m = 32,9 : 1,5 = 21,9$ .

Мінімальна величина відбору КГФ буде визначатись з матеріального балансу метанолу, введеного до розгінної колони та виведеного з неї та



кратністю його концентрування. При концентрації метанолу в КГФ — 32,9% мінімальна величина відбору КГФ буде складати  $100 : 32,9 = 3,1\%$  від абсолютного алкоголю, що вводиться до розгінної колони з ГФ або  $100 \cdot 0,05 \cdot 0,031 = 0,155\%$  від а.а., що вводиться до БРУ.

Сумісна переробка ГФ різного походження в системі БРУ вперше була здійснена на Андрушівському спиртовому заводі, де крім власної ГФ перероблялося до 30% ГФ Червоненського, Коростишівського, Бучацького та інших спиртзаводів, що переробляють крохмалевмісну сировину.

Досвід сумісної переробки ГФ мелясних та зернокартопляних заводів у системі БРУ показав, що збільшення питомих витрат гріючої пари у розгінну колону з 2,56 до 3,5 кг/кг а.а. при подачі води на гідроселекцію 5,7 кг/кг а.а. дозволяє переробляти ГФ, збагачену метанолом за умов, що його максимальний вміст у живленні не перевищує 1,5%, при цьому виробляється спирт підвищеної якості.

При постійній витраті води на гідроселекцію — 5,7 кг/кг а.а., питомій витраті пари — 3,5 кг/кг а.а., концентрація спирту по тарілках розгінної колони дорівнює 59-60% об., вміст етанолу в КГФ — 33...36% об. Концентрація спирту в кубі розгінної колони при відкритому обігріві при цьому складає 14,5...15,0% об.

### ***3.3.3. Вилучення етилового спирту з головної фракції, збагаченої метиловим спиртом***

Головна фракція, отримана при брагоректифікації зернових бражок містить у три рази менше, а при переробці картопляних — у 25...30 разів менше альдегідів, ніж головна фракція мелясних спиртзаводів. У той же час ГФ заводів, що переробляють крохмалевмісну сировину або цукровий буряк, містить порівняно з мелясною головною фракцією значно більше кінцевих домішок, основним представником яких є метиловий спирт, коефіцієнт ректифікації метилового спирту, на відміну від більшості інших домішок, зменшується зі зниженням концентрації етанолу у розчині, що треба враховувати при включенні розгінної колони до схеми БРУ, приймаючи за ключову домішку метанол.

В існуючих схемах включення розгінної колони до системи БРУ спиртових заводів, що переробляють крохмалевмісну сировину, подача води на гідроселекцію до розгінної колони не передбачається. Витрата гріючої пари складають 30...40 кг/дал а.а., що вводиться у колону з ГФ. Кількість тарілок у розгінній колоні — 30, у тому числі — 20 у відгінній частині [1].

Висока концентрація етилового спирту по тарілках розгінної колони (93...94% об.) створює сприятливі умови для інтенсивного виділення та концентрування кінцевих домішок. Але звільнення спирту від головних та проміжних домішок при цьому ускладнюється, що є причиною зниження якості ректифікованого спирту. Висока концентрація спирту у верхній частині колони призводить до збагачення КГФ спиртом та підвищеному її відбору, що знижує економічну ефективність використання розгінної колони за даною схемою.

Більш раціональною в даних умовах слід вважати роботу розгінної колони



в режимі помірної гідроселекції, коли ключові домішки спирту, у тому числі і метанол, зберігають головний характер.

Для доведення доцільності використання гідроселекції для звільнення ГФ, збагаченої кінцевими домішками, наведемо розрахунок витрати води та пари на процес.

Коефіцієнт ректифікації метанолу інтенсивно зростає при концентрації етилового спирту у розчині починаючи з 60 мол.%, після чого залишається практично незмінним.

У зв'язку з цим воду на гідроселекцію до розгінної колони при розгонці ГФ, яка збагачена метанолом, необхідно подавати у кількості, що забезпечує концентрацію етилового спирту по тарілках у межах 60 мол.%.

Як розгінна може бути використана колона кінцевої очистки, що містить 30 реальних або 15 теоретичних тарілок.

Розглянемо випадок, коли концентрація спирту на тарілках по всій висоті розгінної колони однакова, тобто, коли концентрація етанолу на тарілці живлення та тарілках, що знаходяться вище залишається постійною.

Мінімальна витрата грючої пари на розгонку ГФ мелясних спиртзаводів складає 20 кг/дал (2,56 кг/кг а.а.). Дослідимо можливість ефективної роботи розгінної колони у системі БРУ спиртових заводів, що переробляють крохмалевмісну сировину при такій же витраті пари, але з використанням помірної гідроселекції.

На рис. 4 наведено графік, що показує стан робочих ліній відгонної та концентраційної частини колони при концентрації спирту по всій висоті колони — 60 мол.%. Візьмемо у першому наближенні флегмове число  $K. = \infty$ , при цьому рівноважна концентрація спирту у парі, що виходить з колони дорівнює 70 мол.%.

Для концентраційної частини колони відношення  $L/G = Y/X = 70 : 60 = 1,17$ .

Молекулярні маси потоків у колоні при прийнятій концентрації в них етилового спирту складають: паровий потік (флегма)  $M_G = 31$  кг/кмоль, рідинний потік  $M_L = 28$  кг/кмоль, головна фракція  $M_{ГФ} = 41$  кг/кмоль, вода на гідроселекцію  $M_B = 18$  кг/кмоль.

При питомих витратах грючої пари 2,56 кг/кг а.а., кількість водно-спиртової пари, що піднімається по колоні  $G$  та пари, що повертається до неї у вигляді флегми, складає  $2,56/M_G = 0,083$  кг/кмоль.

При постійному відношенні рідинного та парового потоків  $L = G * 1,17 = 0,097$  кг/кмоль.

Кількість води на гідроселекцію  $V = L - G = 0,097 - 0,083 = 0,014$  кг/кмоль.

Кількість головної фракції, що поступає у колону  $1/M_{ГФ} = 0,024$  кг/кмоль. Питома витрата води на гідроселекцію складає  $0,014 : 0,024 = 0,58$  кг/кг головної фракції.

Для відгінної частини колони  $L = G/M_G + V/M_B + ГФ/M_{ГФ} = 0,083 + 0,014 + 0,024 = 0,121$  кг/кмоль, а відношення  $L/G = 0,121/0,083 = 1,46$ .

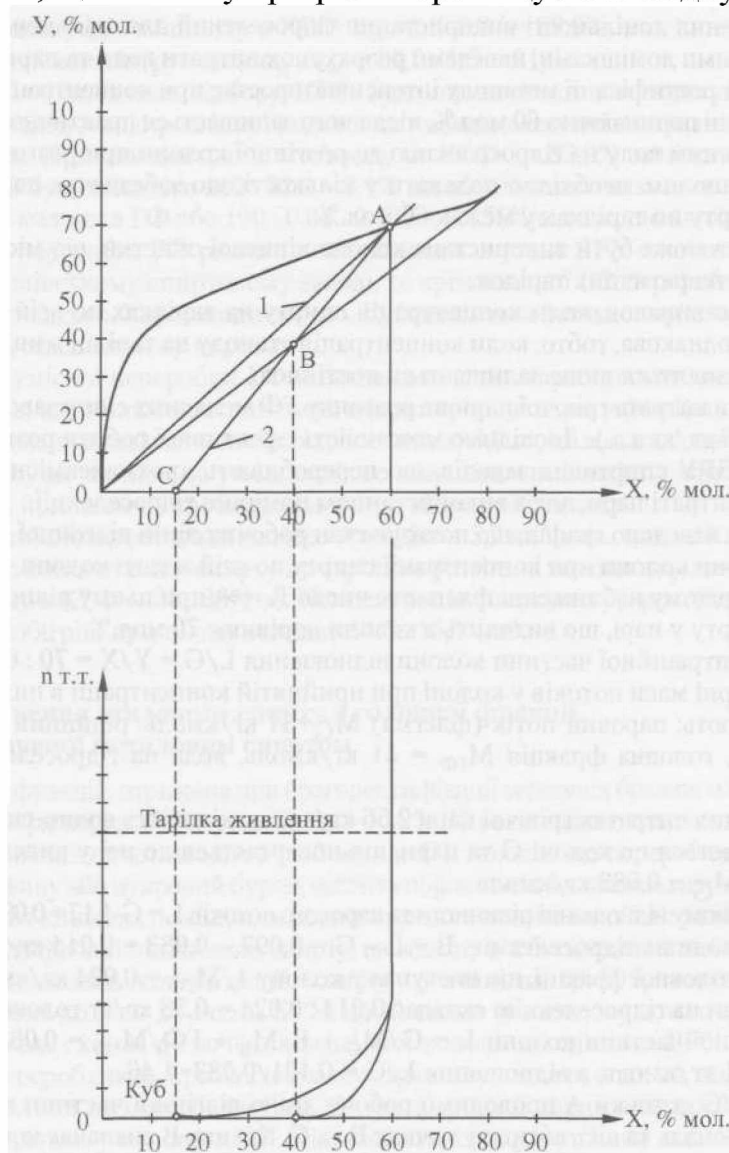
Знаючи  $L/G$ , з точки А проводимо робочу лінію відгінної частини колони, яка перетинає діагональ та вісь абсцис у точках В та С. Крапка В визначає



концентрацію спирту у кубі колони при закритому обігріві (41 мол.%), крапка С — при відкритому обігріві (15 мол.%).

Для отримання якісного спирту-ректифікату вміст альдегідів та метанолу у кубовій рідині розгінної колони —  $\alpha_0$  не повинно перевищувати 0,003%, 0,07% відповідно.

При максимальній концентрації альдегідів у ГФ зернових спиртових заводів  $\alpha_M = 1,0$  мас.%, кратність їх вилучення  $\alpha_M/\alpha_0$  складає  $1,0 : 3 \cdot 10^{-3} = 333$ . Розрахунки, виконані за допомогою рівняння Сореля-Харіна, показують, що при коефіцієнті випаровування оцтового альдегіду  $K = 3,6$ ,  $L/G = 1,46$ , та десяти теоретичних тарілках у відгінній частині кратність вилучення оцтового альдегіду складає 907, що майже у три рази перевищує необхідну.



**Рис. 4. До розрахунку колони для виділення спирту з головної фракції, збагаченої метанолом:**

*1 — робоча лінія концентраційної частини  $Y = LX/G$ ;*

*2 — робоча лінія відгонної частини  $L(X - X_0)/G$*

Аналогічні розрахунки для метанолу показують, що при максимально припустимій його концентрації у ГФ — 6,0 об.% ( $\alpha_M/\alpha_0 = 6,0 : 0,07 = 86$ ) при тих



же технологічних параметрах та коефіцієнті випаровування метанолу —  $K = 2,5$  кількість теоретичних тарілок у відгінній частині колони повинна бути не менше 12,5 або  $12,5 \cdot 0,5 = 25$  реальних тарілок. Максимальна концентрація метанолу у ГФ при 20 реальних тарілках у відгінній частині не повинна перевищувати 3,4%.

При вказаних вище технологічних параметрах та кількості теоретичних тарілок  $n = 5$  кратність концентрування метанолу та оцтового альдегіду дорівнюють 19,7 та 54,0 відповідно. Така ступінь концентрування дозволяє одержати КГФ практично вільний від етилового спирту. При концентрації альдегідів у ГФ — 1% їх вміст у концентраті головної фракції дорівнює  $1 \cdot 54 = 54\%$ , при цьому його відбір складає  $100 / 54 = 1,85\%$  від а.а., що введений до розгінної колони, а при відборі ГФ у кількості 3% відбір концентрату головної фракції становить  $3 \cdot 1,85/100 = 0,06\%$  від а.а., що вводиться до БРУ.

Використання помірної гідроселекції в процесі розгонки ГФ зернових спиртових заводів (витрата води у межах 0,6 кг/кг ГФ та питомій витраті пари 2,5 кг/кг а.а.) дозволяє ефективно вилучати разом з метанолом інші домішки спирту.

Використання помірної гідроселекції дозволяє знизити вміст етилового спирту у КГФ у середньому на 30%.

Використання гідроселекції у розгінній колоні тим більше раціонально, що в останній час знайшло широке впровадження низькотемпературне розварювання крохмалевмісної сировини, при якому вміст метилового спирту у бражці суттєво знижується. Але звільнення спирту від головних та проміжних домішок без гідроселекції в розгінній колоні ускладнюється, що може бути причиною зниження якості ректифікованого спирту. Висока концентрація спирту у верхній частині колони призводить до збагачення спиртом концентрату головної фракції та підвищеному її відбору.

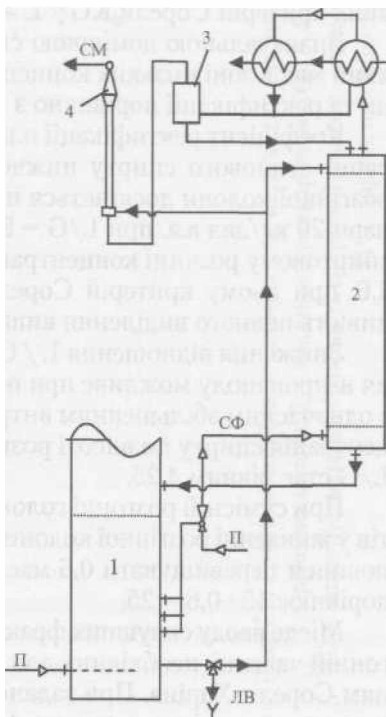
### ***3.3.4. Установка екстрактивної ректифікації етанолу з сивушних фракцій***

В УкрНДІспиртбіопрод розроблена установка для концентрування нижніх проміжних домішок (сивушного масла) та вилучення з них етилового спирту за допомогою екстрактивної ректифікації.

Такі установки знайшли розповсюдження на спиртових заводах України, рис.5.

Сивушна фракція у суміші з гріючою парою вводиться до кубової частини колони екстрактивної ректифікації, в якій встановлені 8... 12 тарілок. На верхню тарілку надходить люотерна вода з розрахунку підтримання концентрації етанолу в кубі у межах 1,5...3,0 об. %

За таких умов компоненти сивушного масла концентруються в парі, що піднімається по колоні, і одержаний гетерогенний дистилат розшаровується в декантаторі. Із нього верхній шар, збагачений сивушним маслом, надходить на промивку в екстрактор сивушного масла, а нижній (підсивушний) — на зрошення екстрактивно-ректифікаційної колони. Кубова рідина повертається в цикл ректифікації (звичайно, на одну із середніх тарілок бражної колони).



**Рис. 5. Схема установки екстрактивної ректифікації етанолу з сивушних фракцій:**

*1 — спиртова колона; 2 — колона екстрактивної ректифікації; 3 — декантатор; 4 — екстрактор сивушного масла*

### **3.3.5. Ректифікаційна установка з вилученням всіх органічних домішок спирту у вигляді одного продукту**

Теоретичні розрахунки та експериментальні дослідження показали, що поряд з головними домішками в процесі глибокої гідроселекції досить ефективно вилучаються і проміжні домішки. На підставі цих досліджень в НВ ТОВ «Інтермаш» розроблена брагоректифікаційна установка [2] з виділенням усіх органічних домішок спирту у вигляді одного продукту — концентрату естеро-сивушного (КЕС). На дану технологію розроблена відповідна нормативно-технічна документація [3, 4], що сприяло її широкомасштабному впровадженню.

Схемою установки передбачається введення до розгінної колони спиртовмісних фракцій зі спиртовловлювачів, конденсаторів бражної, епюраційної та спиртової колон, конденсатора сепаратора  $CO_2$ , а також усіх сивушних фракцій із спиртової колони, рис. 7.6.

Основним показником, що характеризує роботу розгінної колони є відношення рідинного та парового потоків —  $L/G$ .

Ефективне виділення домішок в розгінній колоні потребує створення умов, за яких критерій Сореля  $KG / L > 1$ .

Визначальною домішкою сивушної фракції треба вважати н-пропіловий спирт, який має в зоні низьких концентрацій етанолу найменший коефіцієнт випаровування та ректифікації порівняно з іншими вищими спиртами.

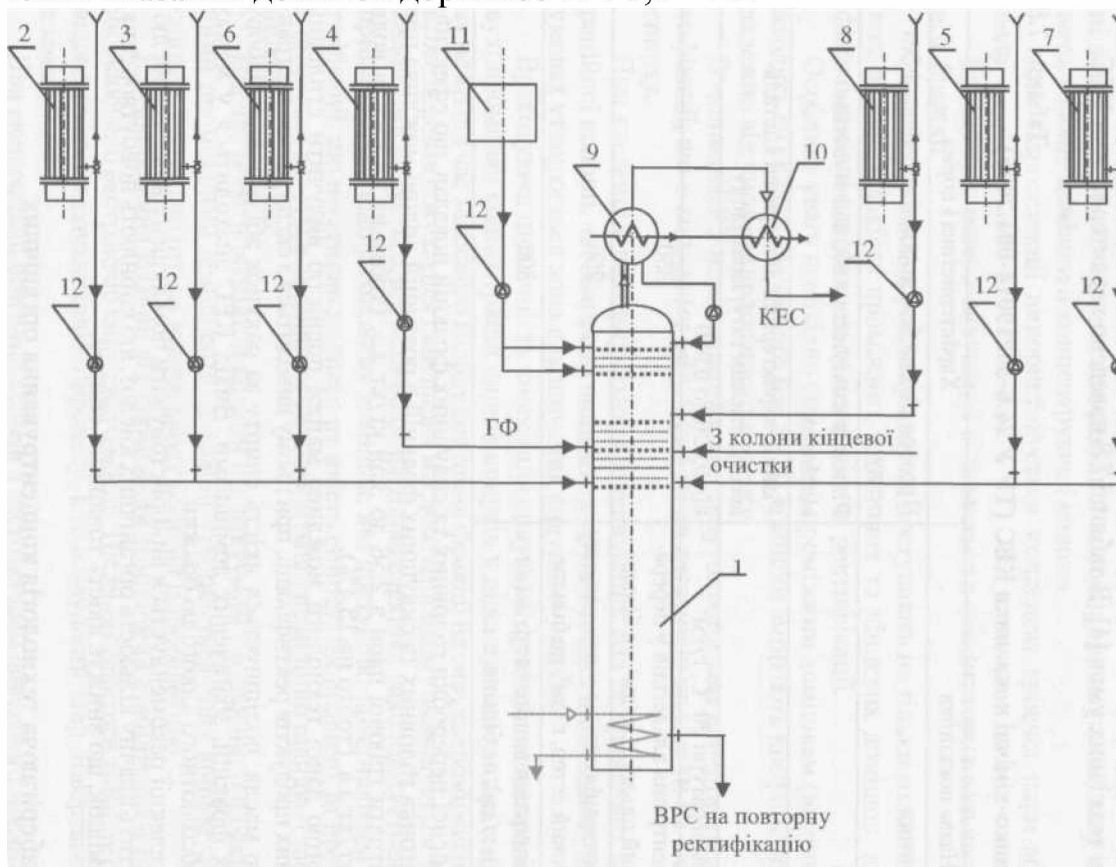
Коефіцієнт ректифікації н.пропанолу —  $K'$ - перевищує одиницю в зоні концентрацій етилового спирту нижче 15 мол.%. Така концентрація спирту по



тарілках розгінної колони досягається при витраті лютерної води — 20,5 кг/кг а.а. та гріючої пари 20 кг/дал а.а. при  $E/C = 9,1$ . Коефіцієнт випаровування н-пропанолу у водно-спиртовому розчині концентрацією 15 мол.% за даними проф. Перелигіна дорівнює 4,6, при цьому критерій Сореля буде менший за одиницю, що вказує на неможливість повного виділення вищих спиртів за даних умов.

Зниження відношення  $B / O < 4,6$ , при якому забезпечується ефективно виділення н-пропанолу можливе при подачі води на гідроселекцію в кількості 13,4 кг/кг а.а. з одночасним збільшенням витрат гріючої пари з 20 до 28 кг/дал а.а.; при цьому концентрація спирту по висоті розгінної колони не перевищує 15,2 мол.%, а відношення  $E/C$  стає рівним 4,25.

При сумісній розгонці головних та сивушних фракцій концентрація вищих спиртів у живленні розгінної колони може досягати 15 мас.%, а їх вміст у кубовій рідині не повинен перевищувати 0,6 мас.%. При цьому ступінь вилучення вказаних домішок дорівнює  $15 : 0,6 = 25$ .



**Рис. 6. Ректифікаційна установка для вилучення етилового спирту з фракцій збагачених органічними домішками:** 1 — розгінна колона; 2 — конденсатор сепаратора  $CO_2$ ; 3, 4, 5 — конденсатори бражної, епіюраційної та спиртової колон; 6, 7 — спиртоуловлювачі бражної та спиртової колон; 8 — конденсатор сивушних спиртів; 9 — дефлегматор; 10 — конденсатор; 11 — збірник пом'якшеної води; 12 — витратоміри

Місце вводу сивушних фракцій до розгінної колони, тобто кількість тарілок в її відгонній частині, необхідних для вилучення вищих спиртів, розраховується за рівнянням Сореля-Харіна. При заданому ступеню вилучення



в відгінній частині розгінної колони повинні знаходитись 13 теоретичних або 26 реальних тарілок. Мінімальна величина відбору КЕС визначається з матеріального балансу всіх домішок, що введені до розгінної колони та виведені з неї, а також кратністю їх концентрування. Кратність концентрування залежить не тільки від кількості тарілок у концентраційній частині та технологічних параметрів роботи колони, але згідно закону Рауля й від початкової концентрації всіх компонентів вихідної суміші.

При сумісній переробці головної та сивушної фракцій склад КЕС повинен відповідати вимогам технічних умов. В таблиці 8 наведено характеристики КЕС

Досвід сумісної переробки головних та сивушних фракцій показав, що ефективна сумісна розгонка головних та сивушних фракцій в розгінній колоні можлива при збільшенні витрати гріючої пари з 2,56 до 3,59 кг/кг а.а. (тобто на 28,7%) та води з 11,7 до 13,5 кг/кг а.а. (тобто на 13,4%).

За допомогою даної технології можливо майже повністю вилучити етиловий спирт із побічних продуктів ректифікації, при цьому виводиться з експлуатації екстрактор сивушного масла, поліпшується якість спирту за рахунок збільшення відбору спиртовмісних фракцій, збагачених домішками. Вихід КЕС знаходиться у межах 0,2...0,4% від абсолютного алкоголю бражки.

Таблиця 8

#### Фізико-хімічні показники КЕС (ТУ У 24.6-30219014-004:2005)

Назва показника	Характеристика і норма
1. Зовнішній вигляд	Прозора рідина без сторонніх домішок і без осаду
2. Забарвлення	Рідина з жовтуватим або зеленуватим відтінком
3. Запах	Різкий, характерний для суміші ацеталь- дегіду, етилацетату, ізоамілолу
4. Густина за температури 20 °С, г/см <sup>3</sup>	від 0,826 до 0,950
5. Масова концентрація альдегідів у перерахунку на оцтовий альдегід, г/дм <sup>3</sup> , не більше	350
6. Масова концентрація естерів у перерахунку на оцтово-етиловий естер, г/дм <sup>3</sup> , не більше	250
7. Масова концентрація вищих спиртів (сивушного масла), г/дм <sup>3</sup> , не більше	300

Для гідроселекції рекомендується використовувати пом'якшену воду, так як лю- терна вода містить значну кількість органічних кислот, які сприяють новоутворенню органічних домішок, що знижує якість товарного спирту.



### 3.3.6. Енергозберігаюча технологія концентрування органічних домішок спирту

Включення розгінної колони в систему БРУ вимагає додаткових витрат гріючої пари в середньому до 20 кг на декалітр абсолютного алкоголю, введеного в колону.

Для зменшення енерговитрат на процес вилучення та концентрування органічних домішок на Козлівському спиртовому заводі впроваджена технологія, яка передбачає роботу розгінної колони при тиску, нижчому за атмосферний.

Таке технічне рішення вимагає особливого підходу, так як коефіцієнти випаровування та ректифікації етилового спирту та його органічних домішок суттєво змінюються при тисках, відмінних від атмосферного.

На рис. 7 наведена апаратурно-технологічна схема включення розгінної колони в систему БРУ під вакуумом потужністю 3000 дал спирту «Люкс» на добу.

На розгонку в колону подаються головна фракція з епюраційної колони; проміжні домішки з 38-40 тарілок епюраційної колони; підсивушний шар з сивухопроми-вача; головні домішки з концентруючої колони.

Для гідроселекції використовується конденсат гріючої пари або пом'якшена вода.

Концентрат естери-сивушний відводиться з декантатору в кількості 0,2...0,4% від а. а. бражки.

За даною схемою в розгінну колону поступають не тільки головні домішки, а також значна кількість проміжних, хвостових та кінцевих домішок, які мають різні фізико-хімічні властивості та коефіцієнти ректифікації.

Особливу увагу необхідно приділяти проміжним домішкам (вищим спиртам), які входять до складу сивушного масла. Ці домішки змінюють коефіцієнти ректифікації залежно від умов технологічного процесу.

В типових БРУ підсивушний шар з сивухопромивача повертається до циклу ректифікації, що в кінцевому результаті може негативно впливати на якість товарного спирту.

При введенні в розгінну колону підсивушних вод та проміжних домішок з епюраційної колони, які збагачені вищими спиртами, в розгінній колоні при визначених умовах утворюється зона накопичення сивушного масла.

Враховуючи циклічність виведення сивушної фракції із спиртової колони на сивухопромивач концентрація вищих спиртів у підсивушному шарі змінюється. В результаті під час залпового виходу сивушної фракції на сивухопромивач розгінна колона може перевантажуватися сивушним маслом. При цьому зменшується температура по колоні, збільшується витрата води на гідроселекцію, заохолоджується дефлегматор, припиняється відбір головних домішок, які поступово повертаються до циклу ректифікації, що негативно впливає на якість спирту. Як правило, ці процеси інерційні і не завжди вдається за допомогою алгоритмів управління швидко стабілізувати технологічний процес.

Під час роботи розгінної колони під вакуумом і живленні її фракціями,

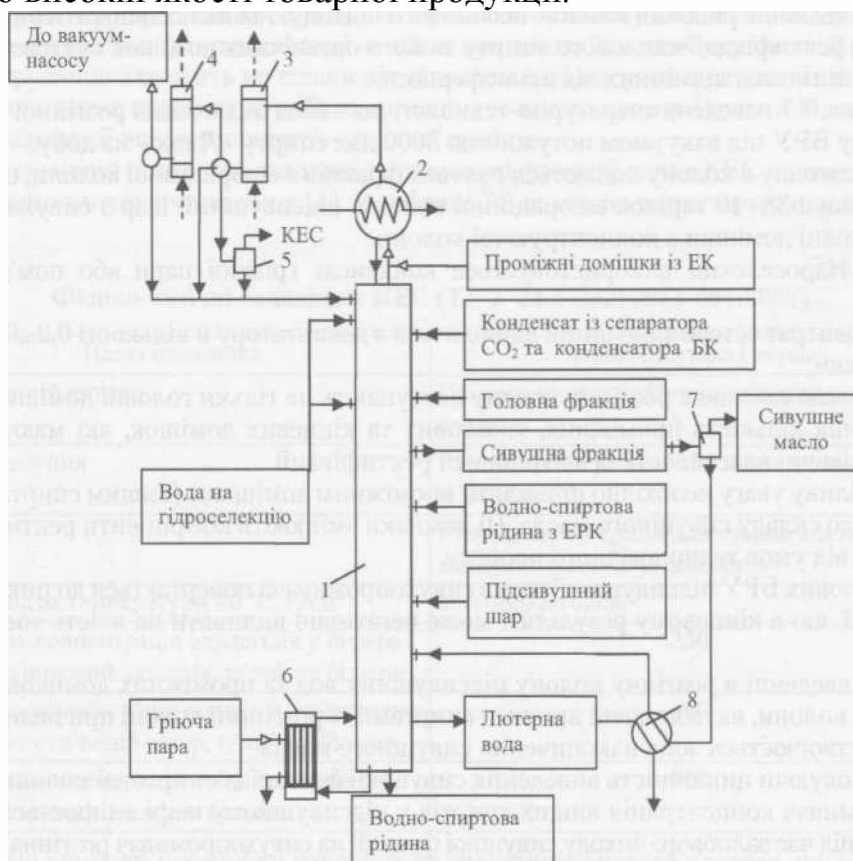


збагаченими проміжними домішками, в колоні утворюється зона концентрування вищих спиртів, яка знаходиться нижче вводу води на гідроселекцію.

Для звільнення колоні від проміжних домішок та стабілізації її роботи до колоні включено екстрактор сивушного масла. Після екстрактора товарне сивушне масло відводилось з технологічного процесу, а підсивушний шар повертався до розгінної колоні.

При експлуатації розгінної колоні з екстрактором сивушного масла колоні працює стабільно, без «провалів» спирту до кубу і постійним відбором концентрату головних та кінцевих домішок (КЕС), що забезпечує високу якість ректифікованого спирту.

Розгінна колоні, яка наведена на рисунку, працює під розрідженням — 3,9...4,0 м. вод. ст., що забезпечує зменшення витрат гріючої пари в середньому на 25...30%, збільшення на 3,5...4,0% виходу спирту з тони умовного крохмалю при стабільно високій якості товарної продукції.



**Рис. 7. Апаратурно-технологічна схема роботи розгінної колоні під вакуумом:** 1 — розгінна колоні; 2 — дефлегматор; 3 — конденсатор; 4 — спиртовловлювач; 5 — декантатор; 6 — кип'ятильник-випаровувач; 7 — екстрактор сивушного масла; 8 — рекуперативний теплообмінник

В кожному конкретному випадку включення розгінної колоні до системи браго- ректифікації необхідно враховувати особливості загальної схеми БРУ та її експлуатації, тиск в розгінній колоні, кількість та тип контактних пристроїв, особливості з'єднання колонного та теплообмінного обладнання продуктовими та тепловими потоками, спосіб обігріву колон, а також визначити ключові



домішки спирту, які впливають на якість спирту, формують його аналітичні та органолептичні показники.

### 3.4. Утилізація спиртовмісних побічних продуктів брагоректифікації на спеціалізованих спиртових заводах

Не на всіх спиртових заводах з огляду на специфіку їх роботи та сорту етилового спирту, що ними виробляється, доцільно дооснащувати брагоректифікаційні установки розгінними колонами. Для централізованої переробки спиртовмісних побічних продуктів таких підприємств фахівцями НУХТ розроблена ректифікаційна установка (рис. 8), яка впроваджена на Наумівському спиртовому заводі на базі типової БРУ потужністю 2000 дал ректифікованого спирту на добу [6].

Установка доповнена розгінною колоною діаметром 1800 мм з 45 багатоковпачковими тарілками, 30 з яких — у відгінній частині. В установці передбачена фракційна конденсація домішок у розгінній колоні.

У підігрівачі 13 відбувається нагрів флегми розгінної колони лютерною водою, яка відводиться з кубу сирцевої колони 2. Парорідинна суміш, що виходить з підігрівача флегми, поступає в паровий простір над верхньою тарілкою колони 1 і разом з основним паровим потоком послідовно проходить через дефлегматор 9, конденсатор 10 та спиртовловлювач 11, де відбувається фракційна конденсація домішок спирту.

Фракції, збагачені альдегідами (АК) відводяться зі спиртовловлювача 11. Естерний концентрат (ЕК) концентрується і відбирається з верхньої частини декантатора 12. Проміжні домішки у вигляді сивушної фракції (СФ) відводяться з нижньої частини спиртової колони.

Вихід ректифікованого спирту з ГФ складає 90...94%, відбір КГФ — 4...8%. Установка забезпечує стабільне вироблення спирту вищого очищення при вмісті альдегідів у вихідній ГФ не більше 20 г/л. Витрати грючої пари на розгінну колону складають 20 кг/дал, води на гідроселекцію — 9,2...9,5 дал/дал а.а. при відношенні Б/С у відгінній частині 7,3...7,5. Концентрація спирту у кубі розгінної колони при відкритому обігріві — 5...7 об. %. Загальні витрати грючої пари на установку — 60...80 кг/дал, охолоджуючої води — 0,4...0,6 м<sup>3</sup>/дал а.а.

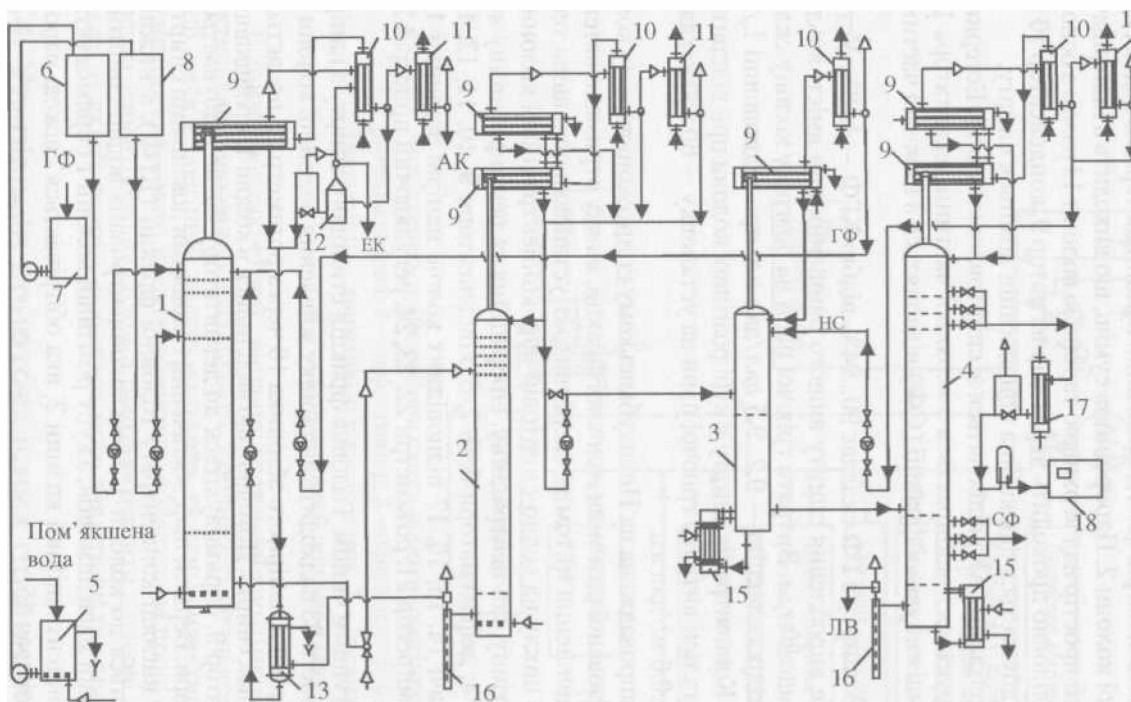
В НУХТ розроблена і впроваджена на Новокубанському спиртоконьячному комбінаті установка з централізованої розгонки головної фракції, на яку отримано патент Росії [7] (рис.9). Для зменшення питомих енерговитрат установка оснащена тепловим насосом відкритого циклу на водно-спиртовій парі концентраційної колони.

Установка містить розгінну, концентраційну, епюраційну та ректифікаційну колони — відповідно 1, 2, 3, 4; дефлегматори 5, 6, 7, 8; конденсатори 9, 10, 11, 12, 13; кип'ятильники-випаровувачі 14, 15, 16, 17 відповідних колон, напірні збірники 18, 19; декантатор 20, турбокомпресор 21, ротаметри 22, 23, 24; регулюючий пристрій 25 та систему трубопроводів.

Установка працює наступним чином. Головна фракція етилового спирту з напірного збірника 19 через ротаметр 23 надходить на тарілку живлення



розгінної колони 1. На верхню тарілку цієї колони з напірного збірника 18 через ротаметр 22 подається вода для гідроселекції домішок спирту. Домішки, що виділилися в колоні 1, пройшовши дефлегматор 5 та конденсатор 9, спрямовуються до декантатору 20, де відбувається розділення рідини на два шари. Верхній шар, збагачений головними домішками спирту, виводиться з установки у вигляді концентрату головної фракції (КГФ), а нижній шар — флегма — повертається до колони 1. Низькоконцентрована водно-спиртова рідина, звільнена від основної маси домішок, з кубу розгінної колони 1 спрямовується на тарілку живлення концентраційної колони 2, яка обігривається свіжою парою через кип'ятильник-випаровувач 15.



**Рис. 8. Апаратурно-технологічна схема установки централізованої розгонки спиртовмісних побічних продуктів брагоректифікації (Наумівський спиртзавод):** Колони: 1 — розгінна; 2 — сирцева; 3 — епюраційна; 4 — спиртова; 5 — збірник пом'якшеної води; 6 — напірний збірник пом'якшеної води; 7 — збірник головної фракції; 8 — напірний збірник головної фракції; 9 — дефлегматор; 10 — конденсатор; 11 — спиртовловлювач; 12 — декантатор; 13 — підігрівач флегми; 14 — паровий ежектор; 15 — кип'ятильник-випаровувач; 16 — гідрозатвор; 17 — холодильник спирту; 18 — обліковий прилад

Водно-спиртові пари, що виходять з колони 2 з температурою 90-92°C засмоктуються в турбокомпресор 21, де стискаються з підвищенням температури до 110-115°C та поступають по комунікації А до кип'ятильника-випаровувача 14 для обігріву розгінної колони 1, температура в кубі якої знаходиться у межах 95-97°C. Надлишок водно-спиртових парів з верхньої частини кип'ятильника 14 поступає по комунікації незконденсованих парів Б у середню зону кип'ятильника-випаровувача 16 для обігріву епюраційної колони 3. Залишок незконденсованих у кип'ятильнику 16 парів після конденсації у

