

Энергосберегающая технология ректификации этилового спирта

Юрий Булий, Петр Шиян, Аркадий Дмитрук, Анатолий Куц

Национальный университет пищевых технологий, ул. Владимирская 68, 01601 Киев, Украина; тел. (+38044) 287-96-30; эл. почта ybuliy@yandex.ru

Одним из факторов, позволяющих увеличить движущую силу массообмена между жидкостью и паром, повысить разделяющую способность ректификационных колонн, а также сократить удельный расход греющего пара, является увеличение времени задержки жидкости на тарелках до момента достижения равновесного состояния фаз.

Приведен краткий анализ работы первых отечественных ректификационных установок циклического действия, указаны их положительные и отрицательные особенности.

Авторами предложена энергосберегающая технология ректификации с контролируемыми циклами задержки и перелива жидкости без прерывания подачи в колонну парового и жидкостного потоков за счет дополнительно установленных клапанов на подвижных тягах по всей высоте колонны, связанных с приводными механизмами, действие которых выполняется согласно заданого алгоритма. Схематически представлены полный (однократный) и отдельный (дробный) способы перелива жидкости по тарелкам ректификационной колонны в условиях циклического режима ее работы.

Исследована эффективность инновационной технологии в процессе разгонки головной фракции этилового спирта в производственных условиях. Предложен один из вариантов технического решения для осуществления управляемой ректификации. Указан расход головной фракции, приведены ее физико-химические показатели, установлены продолжительность рабочего цикла, интервал жидкостной задержки, время перелива жидкости, а также количественный отбор концентрата головной фракции. Дана сравнительная характеристика исследуемых проб кубовой жидкости и концентрата головной фракции, полученных на действующей и экспериментальной установках. Изучена степень извлечения и кратность концентрирования ключевых органических примесей спирта

На основании полученных результатов был сделан вывод о том, что использование технологии управляемой ректификации позволяет сократить удельный расход греющего пара на 40 % по сравнению с типовыми установками и повысить степень извлечения ключевых органических примесей спирта.

Ключевые слова: массообмен, фазовое равновесие, ректификационная колонна, контролируемые циклы, жидкостная задержка, головная фракция.

Введение

Энергетическая зависимость индустриально развитых государств от поставщиков природного газа и нефти требует поиска альтернативных источников энергии, одним из которых является этиловый спирт (биоэтанол). Для обеспечения конкурентоспособности биоэтанола перед углеводородными энергоносителями необходимо повысить эксплуатационные и технологические характеристики ректификационных установок.

В типовых ректификационных колоннах взаимодействие паровой и жидкой фаз в стационарном режиме происходит за время, значительно меньшее времени установления равновесия в системе жидкость-пар, поэтому на ступенях контакта фаз равновесие практически не достигается. Как следствие этого, коэффициент полезного действия (КПД) применяемых контактных устройств не превышает 0,4...0,6. Его значение зависит от конструктивных особенностей контактных устройств, диаметра и свободного сечения колонны, степени ее нагрузки, межтарелочного расстояния, скорости пара, физических свойств жидкой смеси, поступающей для разделения на тарелку питания, и т.д. [1].

Одним из факторов, позволяющих повысить эффективность процесса массообмена, является увеличение времени задержки жидкости на тарелках до момента достижения равновесного состояния фаз. Интервал жидкостной задержки зависит от качественного состава спиртосодержащих фракций, поступающих на тарелку питания, и их количества, поэтому в конкретных условиях устанавливается экспериментальным путем. Степень отклонения системы от равновесия является движущей силой процесса массопереноса, выражаемой как разность рабочих и равновесных концентраций компонентов в паровой или жидкой фазах. В условиях идеального вытеснения по жидкости и пару эта разность приближается к нулю. В реальных условиях ее увеличение позволяет увеличить движущую силу массообмена, повысить разделяющую способность ректификационных колонн, степень извлечения и кратность концентрирования летучих примесей спирта, качество товарной продукции, а также сократить удельный расход греющего пара и снизить себестоимость колонного оборудования за счет сокращения количества физических тарелок [2–6].

Для решения поставленной задачи перспективным направлением является применение нестационарного (циклического) режима работы колонн брагоректификационных установок, который предусматривает поочередную подачу в колонну жидкой и паровой фаз через заданный интервал времени. В Национальном университете пищевых технологий разработана пилотная установка для разгонки головной фракции (ГФ) этилового спирта, состоящая из ректификационной колонны диаметром 140 мм со сменным набором контактных устройств, кубовой части, дефлегматора, конденсатора,

трубопроводов и запорной аппаратуры. Установка была укомплектована соответствующими приборами контроля и управления. Для поочередного ввода фаз в колонну на паровом и жидкостных трубопроводах были установлены пневматические клапаны-отсекатели [7].

Анализ работы экспериментальной колонны в нестационарном режиме показал, что изменение продолжительности парового периода ($\tau_{п}$) в интервале 2-5 с практически не влияет на степень обогащения конечного продукта легколетучими компонентами. В то же время увеличение продолжительности жидкостного периода ($\tau_{ж}$) от 2 до 6 с приводит к повышению концентрации сложных эфиров и альдегидов в концентрате головной фракции (КГФ). Установлено, что применение контролируемого циклического режима ректификации позволяет увеличить производительность колонны за счет расширения диапазона скорости паровой фазы, сократить расход пара и повысить степень разделения компонентов исходной спиртосодержащей смеси. Экспериментально доказано, что в условиях циклического режима работы ректификационной колонны необходимым условием повышения ее разделяющей способности является увеличение продолжительности ($\tau_{ж}$) и уменьшение до минимума ($\tau_{п}$) в заданном временном интервале рабочего цикла.

Первые отечественные ректификационные установки циклического действия не нашли широкого применения. Проведенные авторами экспериментальные исследования позволили выявить ряд специфических особенностей их работы (как положительных, так и отрицательных). В частности, было доказано, что раздельное движение фаз по колонне позволяет интенсифицировать процесс массообмена за счет одноразовой смены жидкостной задержки на тарелках и сократить расход греющего пара на 40 % по сравнению с типовыми колонными аппаратами, работающими в стационарном режиме [8]. Однако из-за отсутствия массообмена в период поступления жидкости на тарелку и в момент ее перелива по тарелкам колонны эффективность разделения исходной смеси снижается.

Учитывая вышеизложенное, была поставлена задача разработать энергосберегающую технологию ректификации с контролируемыми циклами задержки и перелива жидкости без прерывания подачи в колонну парового и жидкостного потоков, позволяющую повысить эффективность массообмена путем уменьшения разности рабочих и равновесных концентраций компонентов в паре и жидкости на ступенях контакта за счет увеличения продолжительности жидкостной задержки ($\tau_{ж}$) на тарелках и отсутствия в рабочем цикле парового периода ($\tau_{п}$) при минимальной продолжительности перелива жидкости с тарелки на тарелку.

Для решения поставленной задачи сотрудниками Национального университета пищевых технологий и ООО «Техинсервис-процесс» (г. Киев) предложена технология

ректификации, предусматривающая проведение контролируемых циклов задержки и перелива жидкости за счет дополнительно установленных клапанов на подвижных тягах по всей высоте колонны, связанных с приводными механизмами (пневмоцилиндрами), действие которых выполняется согласно заданного алгоритма в соответствии с программой контроллера и не зависит от режима подачи греющего пара в кубовую ее часть. Способ предусматривает перелив жидкости в два последовательных этапа, повторяющихся периодически во времени поочередно. На первом этапе жидкость синхронно переливается с каждой непарной тарелки на каждую последующую парную тарелку. На втором этапе - с каждой парной тарелки на каждую последующую непарную тарелку [9-12]. Причем, на каждом этапе перелив может осуществляться в один или два приема в зависимости от степени обновления поверхности межфазового контакта (рис. 1). На рисунке 1a схематически представлен полный или однократный способ, согласно которому переливные отверстия парных или непарных тарелок остаются открытыми до момента полного синхронного перелива жидкости с верхних на смежные с ними нижние тарелки по всей высоте колонны. На рис. 1b показан отдельный или дробный способ перелива, предусматривающий перелив жидкости в два приема.

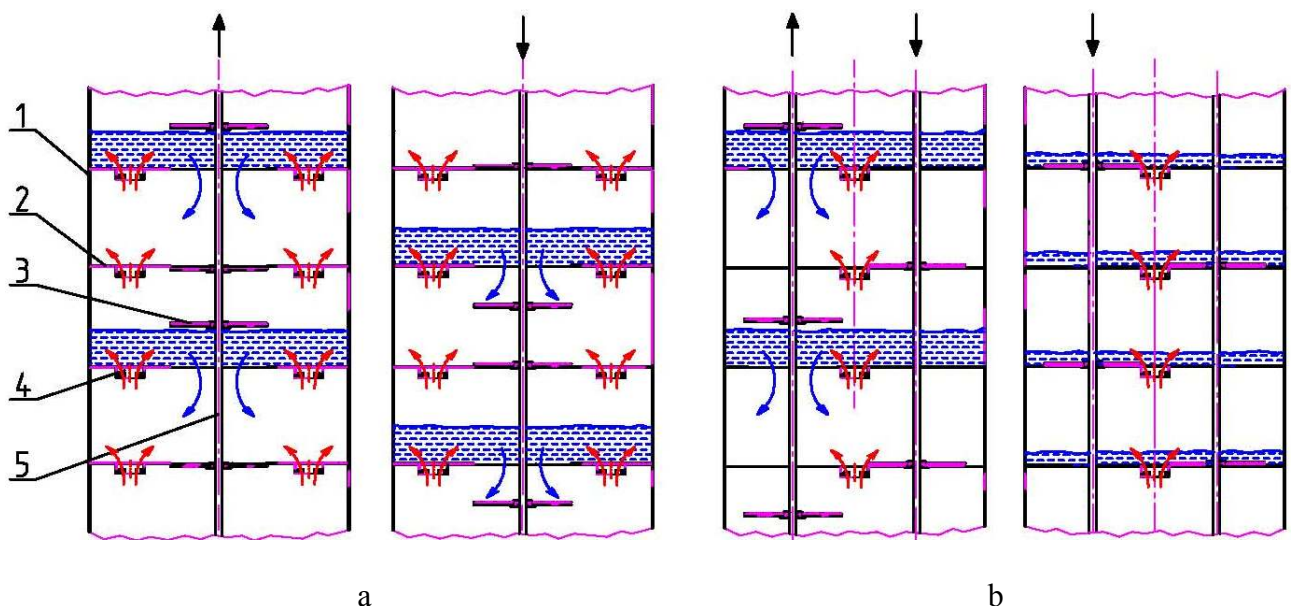


Рис 1. Способы перелива жидкости в условиях контролируемых циклов ректификации: 1 – корпус ректификационной колонны; 2 – тарелка, 3 – клапан, 4 – контактный элемент, 5 – подвижная тяга

Fig. 1. Ways of filling in controlled cycles rectification: 1 - metal casing of a distillation column, 2 – plate, 3 - valve, 4 - the contact element; 5 - movable rod.

Для осуществления способа время перелива сокращают вдвое. Таким образом жидкость разделяют на две равные части, после чего подвижные клапаны перекрывают переливные отверстия парных или непарных тарелок, осуществляется задержка жидкости на

всех тарелках колонны для проведения массообмена в заданном интервале времени, после завершения которого выполняется ее окончательный перелив.

На рисунке 1 стрелками показано движение жидкости, греющего пара и направление движения тяг с закрепленными на них клапанами.

Продолжительность рабочих циклов (РЦ) не зависит от способа перелива жидкости, однако применение дробного способа позволяет повысить эффективность процесса ректификации за счет синхронной работы всех тарелок, снижения гидравлического сопротивления паровому потоку, уменьшения брызгоуноса, а также сокращения времени

достижения фазового равновесия.

Эффективность предложенной технологии исследовали в процессе разгонки ГФ этилового спирта на экспериментальной установке в производственных условиях ГП «Чудновский спиртовой завод» (Украина). Разгонная колонна диаметром 426 мм и высотой 11300 мм включала корпус 1, тарелки 5 с контактными элементами 7 и переливными трубами 3, вставленными в стаканы 6, подвижные тяги 4 и 9, на которых были закреплены клапаны 2 и стаканы 6 (рис. 2). Колонна оснащена 30 тарелками с межтарелочным расстоянием 300 мм. Живое сечение тарелки равнялось 5,5 %.

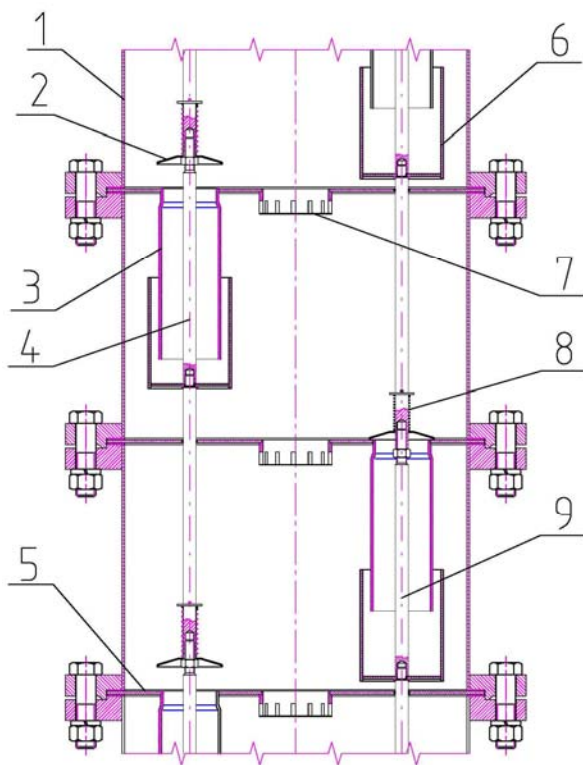


Рис. 2. Фрагмент экспериментальной разгонной колонны с контролируемыми циклами задержки и перелива жидкости

Fig. 2. A fragment of an experimental upper columns with controlled delay loops and filling

Все конструктивные элементы установки были выполнены из нержавеющей пищевой стали марки 12х18н10т. Тяги 4 и 9 с клапанами 2 приводились в движение пневмоцилиндрами типа DNT 63-50-PPV-A фирмы FESTO. Трубы 3, вставленные в стаканы 6, служили гидрозатворами для предотвращения прорыва пара в момент перелива жидкости. Для уплотнения переливных отверстий клапаны 2 поджимались пружинами 8. Управление циклами и контроль технологических параметров осуществлялись с помощью компьютера.

На рисунке 3 представлена часть мнемосхемы с условным изображением контролируемых циклов задержки и перелива жидкости по тарелкам колонны.

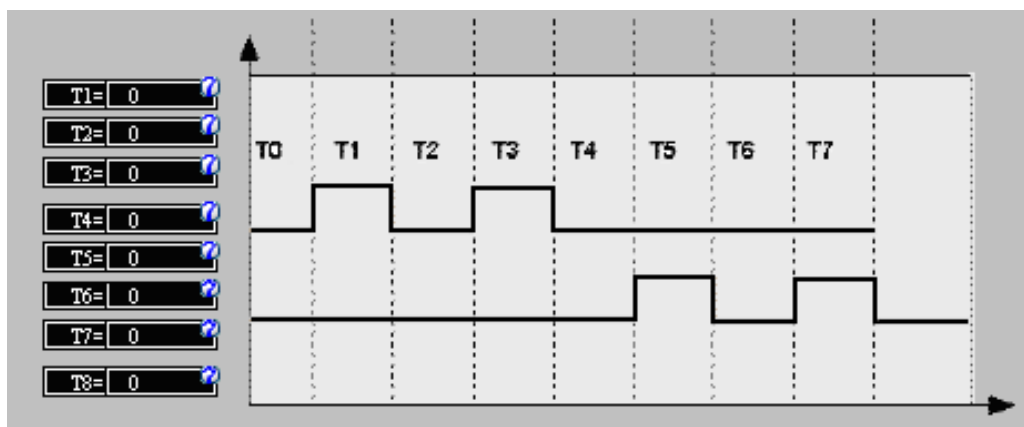


Рис. 3. Отображение временных интервалов контролируемых циклов в нестационарном режиме ректификации

Fig. 3. Display time intervals controlled cycles in non-stationary mode of rectification

Обозначения интервалов задержки и перелива жидкости в зависимости от положения тяг приведены в таблице 1.

Таблица 1. Обозначение временных интервалов задержки и перелива жидкости в рабочем цикле

Table 1. Designation of time intervals of the delay and overflow of liquid in the working cycle

| Положение клапанов | T1 | T2 | T3 | T4 | T5 | T6 | T7 | T8 |
|--------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Тяга 1 | Открыто | Закрыто | Открыто | Закрыто | Закрыто | Закрыто | Закрыто | Закрыто |
| Тяга 2 | Закрыто | Закрыто | Закрыто | Закрыто | Открыто | Закрыто | Открыто | Закрыто |

Интервал T1 – заданный интервал времени, на протяжении которого тяга 1 вместе с закрепленными на ней клапанами находится в крайнем верхнем положении «открыто», происходит синхронный перелив жидкости с непарных на парные тарелки по всей высоте колонны. В этот период тяга 2 с закрепленными на ней клапанами находится в крайнем нижнем положении «закрыто», выполняется задержка жидкости на парных тарелках в заданных временных интервалах T1, T2, T3, T4. Интервал T5 – заданный интервал времени, на протяжении которого тяга 2 вместе с клапанами находится в крайнем верхнем положении «открыто», происходит синхронный перелив жидкости с парных на непарные тарелки по всей высоте колонны. В этот период тяга 1 с закрепленными на ней клапанами находится в крайнем нижнем положении «закрыто», выполняется задержка жидкости на непарных тарелках в заданных временных интервалах T5, T6, T7, T8.

В случае полного перелива жидкости на мнемосхеме (рис. 3) вводят значения T1, T2, T5, T6. В этих условиях РЦ процесса составляет:

$$РЦ = T1 + T2 + T5 + T6. \quad (1)$$

$$T1 = T5; \quad T2 = T6; \quad T3 = T7 = 0; \quad T4 = T8 = 0. \quad (2)$$

Для обеспечения дробного перелива жидкости дополнительно вводят значения временных интервалов $T3$, $T4$, $T7$, $T8$, где: интервал $T3$ – заданный интервал времени, на протяжении которого тяга 1 вместе с клапанами находится в крайнем верхнем положении «открыто», происходит синхронный перелив остатка жидкости с непарных на парные тарелки. В этот период тяга 2 находится в крайнем нижнем положении «закрыто», выполняется задержка жидкости на парных тарелках в заданных временных интервалах $T3$ и $T4$. Интервал $T7$ – заданный интервал времени, на протяжении которого тяга 2 вместе с клапанами находится в крайнем верхнем положении «открыто», происходит синхронный перелив остатка жидкости с парных на непарные тарелки по всей высоте колонны. В этот период тяга 1 находится в крайнем нижнем положении «закрыто», выполняется задержка жидкости на непарных тарелках в заданных временных интервалах $T7$ и $T8$.

В случае дробного перелива РЦ процесса составляет:

$$РЦ = T1 + T2 + T3 + T4 + T5 + T6 + T7 + T8 \quad (3)$$

$$T1 + T2 + T3 + T4 = T5 + T6 + T7 + T8 \quad (4)$$

Программное обеспечение позволяет изменять значения $T1...T8$ в широком временном диапазоне, который определялся экспериментальным путем. Время перелива зависит от значений $T1$, $T3$, $T5$, $T7$; контроль уровня жидкости на тарелках осуществляется изменением значений $T2$, $T4$, $T6$, $T8$. Для нахождения оптимальных значений составляющих РЦ проводился отбор проб жидкости и пара по тарелкам разгонной колонны, кубовой водно-спиртовой жидкости и образовавшегося КГФ.

Материалы и методы

Объектами исследований служили существующая разгонная колонна, работающая в режиме периодической подачи пара и жидкости, и экспериментальная разгонная колонна, фрагмент которой представлен на рис. 2. Температуру воды в коллекторе и после дефлегматора определяли с помощью датчиков ТСП1-3-Pt100. Расход воды на охлаждение дефлегматора и конденсатора определяли с помощью градуированного стекла, установленного в сборнике воды, и секундомера. Расход ГФ, КГФ и воды на гидроселекцию определяли с помощью ротаметров типа РМ.

Также объектом исследований была ГФ этилового спирта (ГОСТ 5922-67), кубовая водно-спиртовая жидкость, КГФ (ТУ У 24.6-30219014-004: 2005) и ректифицированный этиловый спирт (ДСТУ 4221:2003).

Объемную долю этилового спирта в ГФ определяли пикнометрическим методом по ГОСТ 3639 с помощью пикнометра типа ПЖ 2 после перегонки водно-спиртовых растворов.

Массовую концентрацию альдегидов в ГФ определяли реакцией с фуксинсернистым реактивом I; содержание сивушного масла - методом, основанном на реакции высших спиртов с раствором салицилового альдегида в присутствии серной кислоты; свободных кислот – по количеству раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование; сложных эфиров – титрометрическим методом после их омыления раствором гидроксида натрия; объемную долю метилового спирта - методом, основанном на реакции окисления метанола марганцевокислым калием и серной кислотой с образованием формальдегида, образующего окраску с фуксинсернистым реактивом II по ГОСТ 4181 и ГОСТ 4222.

Для определения физико-химических показателей ГФ, кубовой водно-спиртовой жидкости и КГФ использовали газовый хроматограф с колонкой HP FFAP 50 m×0,32 m. Анализ выполняли по ГОСТ 4222:2003.

Результаты и их обсуждение

С целью определения эффективности предложенной авторами технологии разгонку ГФ этилового спирта проводили в производственных условиях на действующей и экспериментальной установках. В процессе испытаний для сравнительного анализа отбирали пробы кубовой водно-спиртовой жидкости и КГФ. Расход ГФ составлял 10 % от количества ректифицированного спирта (85 л/ч). Ее физико-химические показатели приведены в таблице 2.

Для включения в работу экспериментальной установки ГФ непрерывно подавалась на 20-ю тарелку питания разгонной колонны, греющий пар непрерывно поступал в кубовую ее часть через встроенный барботер. На верхнюю тарелку колонны из напорного сборника самотеком поступала горячая умягченная вода на гидроселекцию. Заданный РЦ состоял из двух последовательных этапов, повторяющихся периодически, и составлял 40 с. Интервал задержки жидкости на тарелках на каждом этапе $T_2=T_6=13$ с, время ее перелива $T_1=T_5=7$ с. В процессе разгонки ГФ видимая концентрация этилового спирта в кубовой жидкости составляла 11,5 % об., в пробах КГФ – 68,1 % об.

Объектом сравнения служила рабочая разгонная колонна, действие которой предусматривает периодическую подачу парового и жидкостного потоков, перелив жидкости с тарелки на тарелку через переходную емкость в период прекращения подачи пара [8]. Колонна диаметром 400 мм была оборудована 15 тарелками с контактными элементами: из них 9 тарелок установлены в отгонной части и 6 в концентрационной. Расстояние между тарелками равнялось 500 мм. Нижние части контактных устройств были закреплены к

промежуточным перегородкам, расположенных на расстоянии 250 мм от каждой тарелки, которые служили переходными емкостями для перелива жидкости с тарелки на тарелку. Периодичность подачи пара и регулирование его расхода обеспечивались позиционным и аналоговым клапанами, установленными на трубопроводе подачи пара. ГФ подавали на 9-ю тарелку питания разгонной колонны в таком же количестве, как и на экспериментальную колонну. Вода на гидроселекцию поступала на 15-ю и 12-ю тарелки. Продолжительность РЦ составляла 80 с., интервал задержки жидкости на тарелках 30 с., время ее перелива 10 с. В процессе разгонки видимая концентрация этилового спирта в кубовой жидкости составляла 11,0 % об., в пробах КГФ – 75,2 % об.

Температура в паровом пространстве над верхней тарелкой в рабочей и экспериментальной колоннах равнялась 80° С, в кубовой жидкости – 94° С. Давление в нижней части колонн колебалось в пределах 1,7-1,8 м вод.ст. (17-18 кПа), в верхней части равнялось 0,5 м вод.ст. (5 кПа). Первые пробы кубовой водно-спиртовой жидкости и КГФ отбирали через 72 ч после достижения установившегося режима работы установок. Отбор КГФ снижали от 1,5 до 0,2 %, контролируя при этом окисляемость спирта.

Анализ проб проводился в трехкратной повторности. Определяющими выбирались средние величины. За критерий оптимизации процесса разгонки принимали степень извлечения (α) и кратность концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта, которые рассчитывали за формулами:

$$\alpha = \frac{X_M}{X_O}; \beta = \frac{X_D}{X_M}, \quad (5)$$

где X_M , X_D , X_O – концентрация примесей спирта на тарелке питания, в дистилляте и в кубе колонны соответственно.

Результаты анализа проб и расчетные значения (α) и (β) для действующей (вариант I) и экспериментальной (вариант II) установок приведены в таблице 2.

Из данных таблицы 2 видно, что в каждом варианте в полном объеме выделялись кротоновый альдегид, акролеин, метилацетат, изобутилацетат, изоамилацетат, этилбутират, изопентанол и 2-бутанон – труднолетучие примеси, присутствие которых в незначительных количествах понижает качество ректификованного этилового спирта. Использование предложенной технологии позволяет повысить степень извлечения альдегидов и высших спиртов сивушного масла на 33 %, метилового спирта на 30 %, в полном объеме выделять изопропанол и эстеры. При этом кратность концентрирования головных примесей увеличивается на 32 %, метилового спирта на 37 %, промежуточных примесей на 30 %.

Кроме того, увеличивается пропускная способность колонны по жидкости и пару за счет сокращения продолжительности рабочих циклов ректификации с 80 до 40 с.

Таблица 2. Зависимость степени извлечения (α) и кратности концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта от способа ректификации.

Table 2. The dependence of the degree of recovery (α) and ratio of concentration (β) of key organic impurities of alcohol by way of rectification.

| Наименование примеси | ГФ | Концентрация, мг/дм ³ | | | | | | | |
|------------------------|--------|------------------------------------|-------|----------------------|---------|---------------------------------|----------|--|----------|
| | | Кубовая жидкость разгонной колонны | | КГФ этилового спирта | | Степень извлечения (α) | | Кратность концентрирования (β) | |
| | | I | II | I | II | I | II | I | II |
| Альдегиды: | 334,4 | 2,1 | 1,5 | 1380,9 | 1828,7 | 167,2 | 223,0 | 4,1 | 5,5 |
| ацетальдегид | 334,4 | 2,1 | 1,5 | 1368,5 | 1806,8 | 167,2 | 223,0 | 4,1 | 5,4 |
| кетоновый альдегид | следы | - | - | 5,1 | 8,2 | - | - | ∞ | ∞ |
| акролеин | следы | - | - | 7,3 | 13,7 | - | - | ∞ | ∞ |
| Эстеры: | 1325,3 | 1,2 | - | 12287,8 | 16289,0 | 1104,4 | ∞ | 9,3 | 12,3 |
| метилацетат | 31,5 | - | - | 281,1 | 361,2 | ∞ | ∞ | 8,9 | 11,5 |
| этилацетат | 1246,0 | 1,2 | - | 11866,0 | 15753,4 | 1038,3 | ∞ | 9,5 | 12,6 |
| изобутилацетат | следы | - | - | 1,3 | 2,1 | ∞ | ∞ | ∞ | ∞ |
| изоамилацетат | 47,8 | - | - | 75,1 | 94,0 | ∞ | ∞ | 1,6 | 2,0 |
| этилбутират | следы | - | - | 64,3 | 80,4 | ∞ | ∞ | ∞ | ∞ |
| Метанол, % об. | 0,20 | 0,030 | 0,023 | 1,20 | 1,65 | 6,7 | 8,7 | 6,0 | 8,2 |
| Сивушное масло: | 970,2 | 224,9 | 170,1 | 3521,4 | 4568,0 | 4,3 | 5,7 | 3,6 | 4,7 |
| изопропанол | 0,9 | 0,5 | - | 42,1 | 71,5 | 1,8 | ∞ | 46,8 | 79,4 |
| н-пропанол | 484,0 | 150,8 | 117,7 | 951,2 | 1308,1 | 3,2 | 4,1 | 2,0 | 2,7 |
| изопентанол | 60,1 | - | - | 992,4 | 1245,2 | ∞ | ∞ | 16,3 | 20,7 |
| изобутанол | 387,1 | 67,0 | 52,4 | 1251,8 | 1566,7 | 5,8 | 7,4 | 3,2 | 4,0 |
| изоамилол | 37,5 | 5,3 | - | 271,8 | 359,2 | 7,1 | ∞ | 7,2 | 9,5 |
| н-бутанол | 1,5 | 1,3 | - | 12,1 | 17,3 | 1,2 | ∞ | 8,1 | 11,5 |
| Этанол, об. % | 93,3 | 11,0 | 11,5 | 75,2 | 68,1 | | | | |
| Нетиповые: | следы | - | - | 8,4 | 12,3 | ∞ | ∞ | ∞ | ∞ |
| 2-бутанон | следы | - | - | 8,4 | 12,3 | ∞ | ∞ | ∞ | ∞ |

Практически доказано, что в условиях управляемой ректификации при непрерывной подаче в экспериментальную колонну ГФ и греющего пара отбор КГФ составляет 0,27 %, при этом показатели ректифицированного этилового спирта соответствуют нормативным. Применение технологии циклической ректификации с импульсной подачей жидкости и пара не позволяет уменьшить отбор КГФ ниже 1,1 % в связи понижением окисляемости ректифицированного спирта. Зависимость работы переливных устройств от давления пара, наличие переходных емкостей и сравнительно большое межтарелочное расстояние ограничивают ректификационную колонну по высоте и уменьшают ее пропускную способность по пару и жидкости.

Периодический способ подачи греющего пара приводит к возникновению импульса запаздывания поднятия клапанов по высоте колонны, колебанию давления в общем коллекторе пара, что отрицательно влияет на работу основных колонн брагоректификационной установки. Одним из основных факторов, понижающих степень извлечения и кратность концентрирования летучих примесей спирта в рабочей разгонной колонне, является отсутствие массообмена на тарелках колонны в период поступления жидкости на тарелку и ее перелива по тарелкам колонны.

Расход греющего пара (G_n) для вариантов I и II рассчитывали, исходя из теплового баланса, по формуле (6), удельный расход (G_n^{yd} , кг/дал б.с., введенного в колонну) – по формуле (7).

$$G_n = \frac{G_b \cdot c_w \cdot (t_2 - t_1)}{r} \cdot 1,05 = 103 \text{ кг/ч}, \quad (6)$$

где G_b – расход воды на охлаждение дефлегматора и конденсатора, $\text{дм}^3/\text{ч}$, $G_b=1058 \text{ дм}^3/\text{ч}$;
 c_w – теплоемкость воды, $c_w=4,19 \text{ кДж}/(\text{кг}\cdot\text{град})$;
 t_1 – температура воды в коллекторе, $^\circ\text{C}$, $t_1 = 15^\circ\text{C}$;
 t_2 – температура воды после дефлегматора, $^\circ\text{C}$, $t_2 = 65^\circ\text{C}$);
 r – скрытая теплота парообразования при давлении 101,3 кПа (для воды $r = 2256 \text{ кДж}/\text{кг}$);
1,05 – коэффициент, учитывающий потери тепла греющего пара по высоте бражной колонны с учетом изоляции ее обечаек.

$$G_n^{yd} = \frac{G_n \cdot 100}{V_{ГФ} \cdot C_{ГФ}} = 13 \text{ кг/дал б.с.} \quad (7)$$

где $V_{ГФ}$ – расход головной фракции этилового спирта, $\text{дал}/\text{ч}$, $V_{ГФ}=8,5 \text{ дал}/\text{ч}$;

$C_{ГФ}$ – концентрация спирта в ГФ, % об., $C_{ГФ}=93,3 \text{ \% об.}$

Доказано, что использование технологии управляемых циклов ректификации с целью разгонки ГФ этилового спирта на действующей и экспериментальной установках позволяет сократить расход пара на 40 % по сравнению с типовыми ректификационными установками (от 20...25 до 13 кг/дал безводного спирта (б.с.), поступающего на тарелку питания колонны) за счет уменьшения живого сечения тарелок от 10...15 до 5,5...7,0 % и увеличения продолжительности задержки жидкости на тарелках колонны до 13...30 с для достижения равновесного состояния фаз [13].

Выводы

1. Использование предложенной технологии позволяет повысить степень извлечения альдегидов и высших спиртов сивушного масла на 33 %, метилового спирта на 30 %, кратность концентрирования головных примесей на 32 %, метилового спирта на 37 %, промежуточных примесей на 30 %, в полном объеме выделять изопропанол и эстеры, а также

увеличить пропускную способность колонны по жидкости и пару с за счет сокращения продолжительности рабочих циклов ректификации с 80 до 40 с.

2. В условиях раздельного движения фаз без прерывания подачи в колонну жидкостного и парового потоков в полном объеме выделяются эстеры и труднолетучие примеси (кратоновый альдегид, акролеин, изопропанол и др.), присутствие которых в кубовой жидкости в незначительных концентрациях отрицательно влияет на качество ректифицированного этилового спирта.

3. Применение циклической ректификации позволяет сократить удельный расход греющего пара на 40 % по сравнению с типовыми ректификационными установками, работающими в стационарном режиме, за счет уменьшения живого сечения тарелок на 45...50 % и увеличения продолжительности задержки жидкости на тарелках колонны до 13...30 с для достижения равновесного состояния фаз.

Литература

1. **Шиян П.Л.** Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. / П.Л. Шиян, В.В. Сосницький, С.Т. Олійнічук. – К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.
2. **J.R. McWhirter, M.R. Cannon**, Controlled cycling distillation, *Industrial and Engineering Chemistry* 53 (1961) 632-634.
3. **A.A. Kiss, J.J. Pragt, C.J.G. Strien**, Reactive dividing-wall columns—how to get more with less resources? *Chemical Engineering Communications* 196 (2009) 1366-1374.
4. **A.A. Kiss, C.S. Bildea, A.C. Dimian**, Design and control of recycle systems by non-linear analysis, *Computers and Chemical Engineering* 31 (2007) 601-611.
5. **A.A. Kiss, C.S. Bildea**, A control perspective on process intensification in dividing-wall columns, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 50 (2011) 281-292.
6. **A.A. Kiss, R.R. Rewagad**, Energy efficient control of a BTEX dividingwall column, *Computers and Chemical Engineering* (2011), doi:10.1016/j.compchemeng.2011.03.024.
7. **Копыленко А.В.** Применение циклической ректификации в колоннах концентрирования головной фракции / А.В. Копыленко, В.А. Таран // *Пищевая промышленность*. - 1986. - № 4. – с.42-43.
8. **Vladimir N. Maleta, Anton A. Kiss, V.M. Taran, Bogdan V. Maleta**. Understanding process intensification in cyclic distillation systems, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* (2011), doi:10.1016/j.cep.2011.04.002.

9. **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.
10. **Патент на изобретение 2372965 С2 В01D 3/00, В01D 3/20 (RU).** Способ перелива жидкости по тарелкам колонного аппарата в процессе массообмена между паром и жидкостью / Дмитрук А.П., Черняховский И.Б., Дмитрук П.А., Булій Ю.В.; патентообладатель Дмитрук А.П. (UA). - № 2007135886/15; заявл. 27.09.2007; - опубл. 20.11.2009, Бюл. № 32/2007.
11. **Ivanov S.** A concentration of organic compounds of alcoholic distillate under bioethanol production / Ivanov S., Shiyan P., Buliy Y., Kuts A. // The second North and East European congress of food «NEEFood – 2013»: Book of Abstracts. – Kyiv.: NUFT, 2013: - P. 243.
12. **Ivanov S.** A concentration of organic compounds of alcoholic distillate under bioethanol production / Ivanov S., Shiyan P., Buliy Y., Kuts A. // The second North and East European congress of food «NEEFood – 2013»: Book of Abstracts. – Kyiv.: NUFT, 2013: - P. 244.
13. **Цыганков П.С.** Руководство по ректификации спирта / П.С. Цыганков, С.П. Цыганков // М.: ПИЩЕПРОМИЗДАТ, 2001. – 400 с.

Pateikta spaudai 2015-02

Y. Buliy, P. Shiyan, A. Dmitruk, A. Kuts.

ENERGY SAVING TECHNOLOGY OF DISTILLATION OF ETHYL ALCOHOL

Summary

One of the factors increasing the driving force for mass transfer between a liquid and vapour, increasing the separating capacity of distillation columns, as well as to reduce the specific consumption of heating steam, is to increase in time of a delay of the liquid at a plate until it reaches equilibrium phases.

A brief analysis of the first national rectifying plant cyclic steps is resulted their positive and negative features are indicated.

The authors suggest the saving technology of the rectification with controllable cycles of a delay and overflow of liquid without interrupting in the column of steam and liquid flows through the additionally installed valves on the moving rods along the entire height of the column connected with the driving mechanism, which is performed according to the specified algorithm. Full (single)

and separate (fractional) methods overflow of liquid at the plates of the distillation column under conditions of cyclic mode are schematically presented.

Efficiency innovative technologies in the process of acceleration of the head fraction of ethanol in the production environment is investigated. One of the variants of technical solutions for the implementation of controlled rectification is offered. The consumption of the parent fraction is specified its physical and chemical properties are given, duration of the operating cycle, the interval of the liquid of a delay, time of filling, as well as a quantitative screening of a concentrate of head fraction are established. The comparative characteristics of the investigated samples of bottom liquid concentrate impurities and rectified ethyl alcohol are given. We studied the discharge of esters, aldehydes, higher alcohols and methyl alcohol in the process of the pickup head of the fraction.

On the basis of the obtained results it was concluded that use of technology of operated rectification allows to reduce the specific consumption of heating steam on 40% in comparison with standard facilities and to increase the degree of extraction of key organic impurities of alcohol.

Keywords: mass transfer, phase equilibria, distillation column, controlled cycles, liquid delay, the parent fraction.

Енергозберігаюча технологія ректифікації етилового спирту

Юрій Володимирович Булій, Петро Леонідович Шиян,
Аркадій Павлович Дмитрук, Анатолій Михайлович Куц

Одним із факторів, що дозволяє збільшити рушійну силу масообміну між рідиною і паром, підвищити роздільну здатність ректифікаційних колон, а також питому витрату гріючої пари, є збільшення інтервалу затримки рідини на тарілках до моменту досягнення рівноважного стану фаз.

Приведений короткий аналіз роботи перших вітчизняних ректифікаційних установок циклічної дії, вказані їхні позитивні і негативні особливості.

Авторами запропонована енергозберігаюча технологія ректифікації з контрольованими циклами затримки і переливу рідини без переривання подачі в колону парового та рідинного потоків за рахунок додатково встановлених клапанів на рухомих тягах по всій висоті колони, зв'язаних з приводними механізмами, дія яких виконується відповідно до заданого алгоритму. Схематично представлені повний (однократний) та роздільний (дробовий) способи переливу рідини по тарілках ректифікаційної колони в умовах циклічного режиму її роботи.

Досліджено ефективність інноваційної технології в процесі розгонки головної фракції етилового спирту у виробничих умовах. Запропонований один із варіантів вирішення для проведення керованої ректифікації. Вказана витрата головної фракції, наведені її фізико-хімічні показники, встановлено подовженість робочого циклу, інтервал рідинної затримки, час переливу рідини, а також кількісний відбір концентрату головної фракції. Приведена порівняльна характеристика дослідних проб кубової рідини та концентрату головної фракції, отриманих на діючій та експериментальній установках. Вивчена ступінь видалення та кратність концентрування ключових органічних домішок спирту.

На основі отриманих результатів було зроблено висновок про те, що використання технології керованої ректифікації дозволяє скоротити питому витрату гріючої пари на 40 % в порівнянні з типовими установками та підвищити ступінь видалення ключових органічних домішок спирту.

Ключові слова: масообмін, фазова рівновага, ректифікаційна колона, контрольовані цикли, рідинні затримка, головна фракція.

БІБЛІОГРАФІЧНИЙ ОПИС

Энергосберегающая технология ректификации этилового спирта / Булий Ю.В., Шиян П.Л., Дмитрук А.П., Куц А.М. // Химия и технология пищи.- Каунас: ПИКТУ, 2015. – т. 49, №1, с.11-19.