

**Спосіб сумісної переробки головних, сивушних та кінцевих фракцій**

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

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

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

результаті чого домішки ефективно вилучаються. Водно-спиртову (кубову) рідину, звільнену від основної маси домішок, виводять з нижньої частини колони і направляють в бражку. Головні домішки концентруються у верхній частині РК. Після конденсації вторинної пари, що виходить з колони, отримують гетерогенну суміш, яка складається переважно з ефірів, альдегідів, води та невеликої кількості спирту. Конденсат пари направляють в декантатор для розшарування гетерогенної суміші. Верхній шар, що є концентратом головної фракції, з невеликим вмістом спирту, виводять із установки як побічний продукт ректифікації. Нижній водяний шар, в якому містяться деяка кількість головних домішок і залишок спирту, у вигляді флегми повертають на зрошення колони (Технологія спирту. В.О. Маринченко, В.А. Домарецький, П.Л. Шиян, В.М. Швець, П.С. Циганков, І.Д. Жолнер. /Під ред.. проф. В.О. Маринченко. – Вінниця: «Поділля-2000», 2003. – с. 236; всього 496 с.).

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

Найбільш близьким до запропонованого способу по технічній сутності та результату, що досягається, є спосіб сумісної розгонки головних та сивушних фракцій в РК з виділенням всіх концентрованих домішок спирту у вигляді одного продукту - сивушно-ефіроальдегідного концентрату (СЕАК) (Авторське свідоцтво СРСР № 242093, Циганков П.С., Носенко В.А.). Спосіб передбачає подачу в середню частину колони ГФ, сивушного спирту та сивушного масла, на верхню її тарілку гарячої лютерної води для гідроселекції домішок, а в нижню частину колони гріючої пари. В процесі розгонки спиртовмісна суміш розділяється на два потоки: верхній, в якому містяться головні та проміжні

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

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

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

2. Внаслідок накопичення вищевказаних домішок на тарілках колони останні потрапляють в кубову рідину і далі в бражку. Наростання їх концентрації в бражці призводить до збільшених витрат гріючої пари на їх вилучення в бражній колоні. У випадку подачі ГФ, до складу якої входять переважно альдегіди, утворений концентрат в декантаторі не розшаровується.

3. Відомо, що деемульгація вищих спиртів сивушного масла відбувається за температури 20...35 °С (Технологія спирту. В.О. Маринченко, В.А. Домарецький, П.Л. Шиян, В.М. Швець, П.С. Циганков, І.Д. Жолнер. /Під ред. проф. В.О. Маринченко. – Вінниця.: «Поділля-2000», 2003. –с. 265. Всього 496 с.). Згідно відомого способу температура флегми, яка надходить в декантатор, більша за 65 °С. При підвищеній температурі знижується якість СЕАК: вищі спирти сивушного масла, які концентруються у верхньому шарі, утримують більше води та етанолу, в результаті чого вихід товарного спирту зменшується.

4. Для ефективного розділення водно-спиртової суміші, збагаченої головними та проміжними домішками, дійсний вміст етилового спирту у флегмі, що надходить в декантатор, не повинний перевищувати 34 % мас. (40,8 % об.). Згідно способу концентрація етилового спирту у флегмі становить 65-70 % об. (Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т. Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. – К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. – Частина 1. Всього 424 с.).

В основу винаходу поставлена задача підвищити якість ректифікованого етилового спирту шляхом більш повного видалення летких органічних домішок, що входять до складу головних, сивушних та кінцевих фракцій, із зон їх максимального накопичення при сумісній переробці фракцій в розгінній колоні та зменшення вмісту домішок у флегмі, що надходить на її зрошення.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб сумісної переробки головних, сивушних та кінцевих фракцій передбачає подачу в середню частину розгінної колони головної фракції, сивушного спирту та сивушного масла, на верхню її тарілку гарячої лютерної води для гідроселекції домішок, в нижню її частину гріючої пари, а в середню частину декантатора флегми із дефлегматора,

розшаровування гетерогенної суміші, відбір сивушно-ефіроальдегідного концентрату із верхньої частини декантатора і повернення флегми із нижньої його частини на зрошення колони. Згідно винаходу в розгінну колону направляють спиртовмісні фракції із конденсаторів бражної та спиртової колон, сепаратора вуглекислого газу, погонів із спиртовловлювачів, сивушний спирт, підсивушну промивну воду і непастеризований спирт, в нижню частину декантатора подають частину гідроселекційної води в кількості, що забезпечує зменшення концентрації етилового спирту в суміші до 30-40 % об., з конденсатора відбирають альдегідно-метанольний концентрат у збірник, а сивушно-ефіроальдегідний концентрат після охолодження до температури 20-35°C направляють в екстрактор сивушного масла на промивку.

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

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

Подача частини гарячої гідроселекційної води в нижню частину декантатора дозволяє зменшити вміст етилового спирту у водно-спиртовій суміші, яка надходить в декантатор із дефлегматора і конденсатора, до концентрації 30-40 % об. За таких умов при змішенні суміші флегми із дефлегматора і конденсату пари із верхнього шару конденсатора з водою відбувається її розділення в декантаторі на два шари: у верхньому шарі інтенсивно концентруються нерозчинні у воді естери, альдегіди та вищі спирти сивушних фракцій, що входять до складу підсивушної промивної води,

сивушного спирту і сивушного масла, які безперервно відбирають у вигляді СЕАК із верхньої частини декантатора, а звільнену таким чином від нерозчинних у водно-спиртовій рідині головних і проміжних домішок флегму із нижньої частини декантатора направляють на верхню тарілку колони на її зрошення.

Через підвищення температури суміші в декантаторі вище 65 °С після змішування суміші з гідроселекційною водою, яка має температуру 90-92 °С, процес розшарування прискорюється.

Разом з тим при підвищенні температури деемульгації якість СЕАК, знижується: вищі спирти сивушних фракцій, що входять до складу СЕАК, утримують більше води та етилового спирту (Технологія спирту. В.О. Маринченко, В.А. Домарецький, П.Л. Шиян, В.М. Швець, П.С. Циганков, І.Д. Жолнер. / Під ред. проф. В.О. Маринченко. – Вінниця.: «Поділля-2000», 2003. –с. 265. Всього 496 с.). Для запобігання втрат етилового спирту та підвищення ступеню концентрування вищих спиртів сивушного масла (проміжних домішок) спосіб передбачає додаткову промивку СЕАК лютерною водою при температурі 20-35 °С і рН 5-5,5 в екстракторі сивушного масла ректифікаційної колони. Після вилучення етилового спирту і води СЕАК направляють у збірник, а промивну підсивушну воду з вмістом етилового спирту 12-15 % об. повертають на тарілку живлення РК.

Таким чином спосіб дозволяє максимально звільнити кубову рідину РК від головних, проміжних та кінцевих домішок спирту та використати таку рідину для проведення гідроселекції в епюраційній колоні для зниження витрат гарячої гідроселекційної води.

На Фіг. 1 представлено апаратурно-технологічну схему установки для сумісної розгонки головних, сивушних та кінцевих фракцій. Установка включає збірники гарячої гідроселекційної води 1 і погонів живлення 16, відцентрові насоси 2 і 10, витратоміри 3, 9, 11 і 14, розгінну колону 4, нижня частина якої з'єднана трубопроводом з гідрозатвором 5 для виходу кубової рідини, а верхня з дефлегматором 6, конденсатором 7 і декантатором 8. Для охолодження СЕАК

передбачено холодильник 12, для його промивки - екстрактор сивушного масла 13. Домішки у вигляді АМК і СЕАК відводяться в збірник 15.

Запропонований спосіб здійснюється наступним чином. В збірник 16 подають всі спиртовмісні головні та сивушні фракції: головну фракцію етилового спирту, сивушний спирт, сивушну фракцію, підсивушну промивну воду, погони із конденсатора бражної колони, конденсатора сепаратора вуглекислого газу ( $\text{CO}_2$ ), спиртовловлювачів та непастеризований спирт. В збірнику 16 погони підігріваються теплом гарячої лютерної води (ЛВ), температура якої становить  $103\text{ }^\circ\text{C}$ , до  $80\text{ }^\circ\text{C}$  і далі відцентровим насосом 10 єдиним потоком безперервно подаються на тарілку живлення розгінної колони 4. В нижню (кубову) частину колони 4 постійно подається гріюча пара, а на верхню тарілку гаряча вода на гідроселекцію (температурою  $90\text{-}92\text{ }^\circ\text{C}$ ) у такій кількості, при якій коефіцієнт ректифікації летких домішок ( $K$ ) перевищує одиницю. Із літературних джерел і практичного досвіду відомо, що при розгонці верхніх і нижніх проміжних домішок (вищих спиртів сивушного спирту і сивушного масла)  $K > 1$  при концентрації етилового спирту в кубовій рідині 3-4 % об. В розгінній колоні 4 в процесі розгонки спиртовмісна суміш розділяється на два потоки: верхній, в якому містяться головні, проміжні та кінцеві домішки спирту, і нижній - водно-спиртову суміш, звільнену від них. Пари, що виходять із верхньої частини колони, послідовно поступають спочатку в дефлегматор 6, а далі в конденсатор 7. Більша частина парів конденсується в дефлегматорі 6 (високо киплячі компоненти – вода, вищі спирти, складні ефіри та етанол), а в конденсаторі 7 конденсуються низько киплячі естери, альдегіди, незначна кількість вищих спиртів і метиловий спирт. У ліхтарі конденсатора 7 відбувається розшарування суміші: у верхньому шарі концентруються нерозчинні у воді альдегіди, естери та вищі спирти, які направляють в середню частину декантатора 8, а в нижньому - водорозчинні альдегіди і метанол, які виводяться із конденсатора у вигляді АМК в збірник 15. Конденсат пари (гаряча флегма температурою близько  $65\text{ }^\circ\text{C}$ ) із дефлегматора 6 та верхній шар рідини із ліхтаря конденсатора 7 самопливом надходять в середню частину декантатора 8.

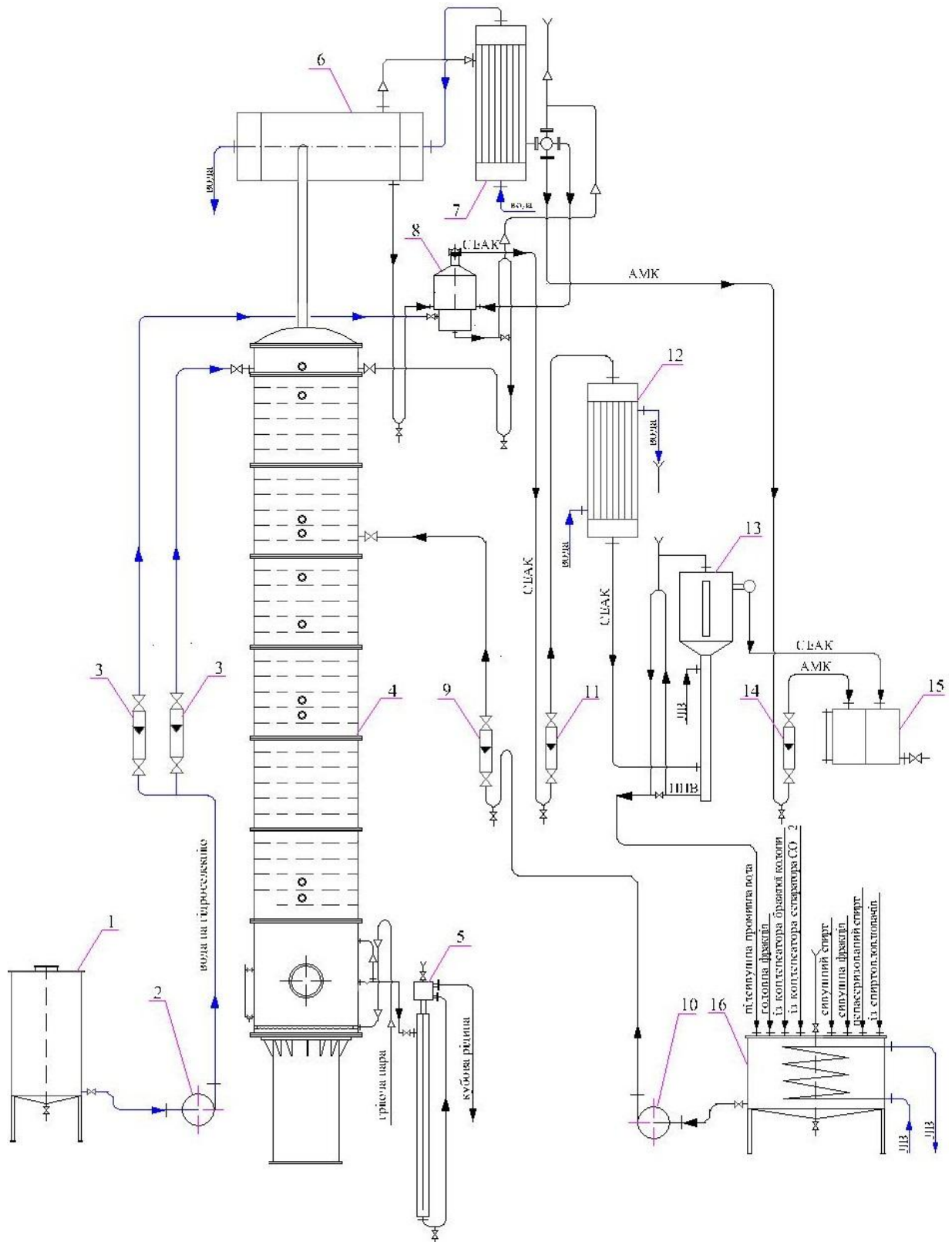
Для інтенсифікації процесу розділення суміші шляхом зменшення концентрації в ній етанолу від 68 % об. до 30-40 % об., і підвищення її температури в нижню частину декантатора 8 подають гарячу гідроселекційну воду температурою 90-92 °С. В декантаторі 8 відбувається розділення суміші на два шари. Верхній у вигляді СЕАК відбирають із верхньої частини декантатора 8. Величину відбору контролюють за допомогою витратоміра 11 і встановлюють в процесі розгонки в залежності від фізико-хімічних показників кубової водно-спиртової рідини розгінної колони 4 та якості ректифікованого етилового спирту. Вихід СЕАК становить в середньому 0,4...0,6 % від кількості спирту. Звільнена від нерозчинних у воді домішок водно-спиртова рідина із нижньої частини декантатора 8 у вигляді флегми надходить на верхню тарілку колони 4. Після охолодження СЕАК в холодильнику 12 його направляють в нижню частину екстрактора сивушного масла 13. В екстракторі 13 здійснюють промивку СЕАК (екстрагування етилового спирту) лютерною водою температурою 20-35 °С і рН 5-5,5. Після промивки СЕАК направляють у збірник 15, а промивну підсивушну воду в збірник 16 і далі повертають на тарілку живлення розгінної колони. Кубову водно-спиртову рідину, звільнену від головних та сивушних фракцій, направляють на верхню тарілку епюраційної колони.

Технічний результат у використанні винаходу полягає у підвищенні якості ректифікованого етилового спирту шляхом більш повного видалення летких органічних домішок, що входять до складу головних, сивушних та кінцевих фракцій, із зон їх максимального накопичення при сумісній переробці фракцій в розгінній колоні та зменшення вмісту домішок у флегмі, що надходить на її зрошення.

Проректор з наукової роботи

О.Ю. Шевченко

## Спосіб сумісної переробки головних, сивушних та кінцевих фракцій



Автори:

Ю.В. Булій

А.П. Дмитрук

П.А. Дмитрук

