**ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ РАЗГОНКИ
СПИРТСОДЕРЖАЩИХ ФРАКЦИЙ
OPTIMIZATION OF THE TECHNOLOGY OF ALCOHOL
CONTAINING FRACTIONS TECHNOLOGY**

Ю.В. Булий, П.Л. Шиян, А.М. Куц

**Национальный университет пищевых технологий,
г. Киев, Украина**

Аннотация. Разработана технология циклической ректификации без прерывания подачи в колонну потоков питания и греющего пара. Исследования ее эффективности проводились в производственных условиях в процессе разгонки спиртосодержащих фракций. Экспериментальная разгонная колонна была оборудована контактными устройствами с изменяющимся живым сечением в период массообмена и в момент перелива жидкости. Использование инновационной технологии в режиме глубокой гидроселекции позволяет оптимизировать процесс разгонки путем полного выделения головных примесей, повышения кратности их концентрирования на 12 %, увеличения степени извлечения высших спиртов сивушного масла на 10,3 %, кратности их концентрирования на 22,4 % и снижения концентрации этилового спирта в эстеров-сивушном концентрате на 9,5 %.

Ключевые слова: циклическая ректификация, гидроселекция, этиловый спирт, органические примеси.

Abstract. A cyclic rectification technology has been developed without interrupting the supply of power and heating steam to the column. Studies of its effectiveness were carried out under production conditions in the process of distillation of alcohol-containing fractions. The experimental accelerating column was equipped with contact devices with varying live cross-section during the mass exchange period and at the moment of liquid overflow. The use of

innovative technology in the mode of deep hydroselection allows to optimize the process of distillation by completely separating head impurities, increasing their concentration ratio by 12 %, increasing the degree of extraction of higher fusel oil alcohols by 10,3 %, their concentration ratio by 22,4 % and reducing ethyl alcohol in ester-fuse concentrate by 9,5 %.

Keywords: cyclic rectification, hydroselection, ethyl alcohol, organic impurities.

В процессе разгонки спиртосодержащих фракций типовые брагоректификационные установки (БРУ) не обеспечивают эффективное извлечение спирта из фракций, обогащенных концевыми и промежуточными примесями (метиловым, изобутиловым и н-пропиловым спиртами), которые вместе с кубовой жидкостью разгонной колонны (РК) возвращаются в цикл ректификации и понижают качество ректифицированного спирта [1].

Авторами разработана инновационная технология циклической ректификации без прерывания подачи в колонну потоков питания и греющего пара, которая позволяет повысить степень извлечения и кратность концентрирования ключевых примесей. Технология предусматривает задержку жидкости на тарелках для увеличения времени контакта фаз и достижения состояния, близкого к равновесному, а также использование контактных устройств с изменяющимся живым сечением в период массообмена и в момент перелива жидкости [2,3].

Целью работы была оптимизация технологии разгонки спиртосодержащих фракций в режиме контролируемых циклов задержки и перелива жидкости - определение степени извлечения и кратности концентрирования летучих примесей спирта в условиях глубокой и умеренной гидроселекции.

Для решения поставленной задачи сотрудниками кафедры биотехнологии продуктов брожения и виноделия Национального университета пищевых технологий и ООО «ТИСЭР» (г. Киев) была смонтирована и включена в схему БРУ ГП «Чудновский спиртовой завод» (Украина) экспериментальная РК. Колонна диаметром 426 мм оснащена 30 ситчатыми контактными

устройствами с диаметром отверстий 2,4 мм и межтарелочным расстоянием 300 мм. Разделение многокомпонентной смеси проводили в условиях глубокой и умеренной гидроселекции примесей. При постоянном расходе греющего пара соотношение жидкостного и парового потоков (L/G) равнялось 7,8 и 16,9 соответственно. Расход умягченной воды увеличивали из расчета снижения концентрации этилового спирта в кубовой жидкости от 11,5 до 5,0 % об. На тарелку питания подавали спиртосодержащие фракции в количестве 96 дм³/ч в пересчете на абсолютный алкоголь. Интервал задержки жидкости на тарелках увеличивали до 20 с. Для проведения хроматографического анализа отбирали пробы питания, кубовой водно-спиртовой жидкости (КЖ), флегмы из дефлегматора и концентрата эстеровивушного (КЭС) из декантатора. Результаты анализа приведены в таблице 1.

Из данных таблицы 1 видно, что в условиях умеренной гидроселекции ацетальдегид, этилацетат, изопропиловый, н-пропиловый, изобутиловый, н-бутиловый и изоамиловый спирты выделяются в меньшей степени, но при этом возрастает степень извлечения метилового спирта. Проведение глубокой гидроселекции позволяет снизить концентрацию высших спиртов сивушного масла в КЖ на 54,8 %, н-пропанола – 56,3 %, изобутанола – 18 %, н-бутанола – 7 % и изоамилового спирта – 9,8 %. Независимо от условий гидроселекции в полной мере выделяются акролеин, кротоновый альдегид, метилацетат, изоамилацетат, изобутилацетат и н-пентанол – примеси, которые даже в небольших концентрациях значительно ухудшают качественные показатели ректификованного спирта.

Головные примеси в большей степени концентрировались в конденсаторе. Содержание альдегидов в КЭС превышало их содержание в флегме на 3,5 %, эфиров – на 9,1 %. Высшие спирты сивушного масла и метиловый спирт, наоборот, больше концентрировались в дефлегматоре. В условиях умеренной гидроселекции концентрация спиртов сивушного масла в флегме была выше, чем в КЭС на 3,2 %, при проведении глубокой гидроселекции – на 5,4 %. Концентрация метилового спирта в флегме превышала его концентрацию в КЭС на 12 %.

Распределение летучих примесей спирта по высоте РК в условиях умеренной и глубокой гидроселекции

Таблица 1

Наименование примеси (группы)	Концентрация, мг/дм ³ в пересчете на (а.а.)						
	Питание	Умеренная гидроселекция (L/G=7,8)			Глубокая гидроселекция (L/G=16,9)		
		КЖ	Флегма	КЭС	КЖ	Флегма	КЭС
<i>Альдегиды</i>	186,4	0,4	2909	3033	-	3308	3407
ацетальдегид	174,4	0,4	2714	2825	-	3080	3175
акролеин	9,2	-	186,8	194	-	215,9	220,9
кродональдегид	2,8	-	8,3	13,7	-	11,1	16,2
<i>Эстеры</i>	449,3	0,7	5951	6543	-	6769	7372
этилацетат	347,9	0,7	4236	4733	-	4848	5344
метилацетат	16,9	-	194,3	209,2	-	225,3	237,1
изоамилацетат	81,4	-	1403	1479	-	1573	1653
изобутилацетат	3,1	-	106,9	122,1	-	122,9	137,2
<i>Сивушное масло</i>	24452	2799	292965	290376	1264	366409	346623
изопропанол	2,0	0,08	21,1	24,9	-	26,5	31,2
н-пропанол	7080	2704	19826	20961	1182	24824	26601
изобутанол	6975	31,1	104021	99634	25,5	130079	123055
н-бутанол	36,1	5,7	337,2	303,2	5,3	422,4	379,9
изоамилол	10355	57,2	168736	162650	51,6	211033	196534
н-пентанол	3,2	-	22,8	17,3	-	23,8	21,8
<i>Метиловый спирт, % об.</i>	0,026	0,001	2,7	2,4	0,001	2,5	2,2
<i>Этанол, % об.</i>	81,0	11,5	68,7	75,1	5,0	65,0	68,0

В качестве критерия оптимизации процесса разгонки принимали степень извлечения (α) и кратность концентрирования (β) ключевых органических примесей спирта. Их расчетные значения приведены в таблице 2.

Анализ таблицы 2 показал, что в режиме циклической ректификации снижение концентрации этилового спирта в КЖ от 11,5 до 5 % об. позволяет достигать максимального извлечения

головных примесей, повысить кратность их концентрирования на 12 %, увеличить степень извлечения высших спиртов сивушного масла на 10,3 %, кратность их концентрирования на 22,4 % и снизить концентрацию этанола в КЭС на 9,5 %. При этом степень извлечения метилового спирта практически не изменялась, а кратность его концентрирования уменьшалась на 8,3 %. Наименьшую степень извлечения и кратность концентрирования имели *n*-пропиловый спирт и кротоновый альдегид.

Зависимость степени извлечения (α) и кратности концентрирования (β) летучих примесей спирта от условий гидроселекции

Таблица 2

Наименование группы примеси	Степень извлечения (α)		Кратность концентрирования (β)	
	Условия гидроселекции примесей			
	L/G=7,8	L/G=16,9	L/G=7,8	L/G=16,9
Альдегиды	466,0	∞	16,3	18,3
Эстеры	642,0	∞	14,6	16,4
Сивушное масло	17,5	19,3	11,6	14,2
Метанол, % об.	26,0	26,0	92,3	84,6
Этанол, % об.	7,0	16,2	0,9	0,9

Список литературы

1. Kiss A.A., Bildea C.S. A control perspective on process intensification in dividing-wall columns / Chemical Engineering and Processing: Process Intensification. – 2011. – № 50. – P. 281-292.
2. 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., Булий Ю.В. – заявл. 27.09.2007; Оpubл. 20.11.09, Бюл. № 32/2007.
3. 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. – заявл. 06.06.08; Оpubл. 10.03.10, Бюл. № 5.