

INNOVATIVE TECHNOLOGY FOR PROCESSING INTERMEDIATES AND BY-PRODUCTS IN ALCOHOL PRODUCTION

Y. Bulii, A. Kuts, I. Karpovych, Y. Zaporozhets

National University of Food Technologies

Key words:

Distillation unit
Distillation
Impurity concentration
column
Alcohol
Steam
Alcohol-containing
fractions
Impurities
Cyclic rectification

Article history:

Received 05.11.2024
Received in revised form
19.11.2024
Accepted 02.12.2024

Corresponding author:

Y. Bulii
E-mail:
yvbulyi@gmail.com

Citation: Булій Ю. В.,
Куц А. М., Карпович І. В.,
Запорожець Ю. В. (2024).
Інноваційна технологія пе-
реробки напівпродуктів і
побічних продуктів у
спиртовому виробництві.
Наукові праці НУХТ,
30(6), 87—98.
DOI: 10.24263/2225-2924-
2024-30-6-9

ABSTRACT

The efficiency of processing intermediates and by-products in alcohol production depends on the degree of ethyl alcohol purification from organic impurities and the heating steam consumption in the distillation unit. Known methods of alcohol-containing fractions processing assume deep hydroselection and increase of heating steam consumption in the impurity concentration column on average by 28.7% (from 2.56 to 3.59 kg/kg of anhydrous alcohol). Increasing the time of liquid stay on the column plates up to 30—40 s allows increasing the efficiency of mass transfer between liquid and steam and creating conditions for maximum separation of volatile impurities.

An innovative technology of cyclic rectification was developed, which provides for controlled cycles of liquid retention on the column plates and its overflow without interruption of heating steam supply. For its realisation the design of a rectification column was developed, hydrodynamic modes of operation of mesh and flake plates in a cyclic mode were established: steam velocity in a free section of a column and holes of plates for mass exchange and overflow of liquid was determined.

The research results obtained in production conditions proved the advantages and feasibility of using the technical solution: in the process of processing of alcohol-containing fractions head impurities were fully removed, the degree of extraction of higher alcohols of sivush oil increased by 38%, methanol — by 15.6%, the multiplicity of concentration of head impurities increased by 25%, higher alcohols — by 40%, methanol — by 34%. At the same time, the steam consumption in the column was reduced by 40% in comparison with typical units operating in stationary mode and did not exceed 12 kg/dal of anhydrous alcohol.

ІННОВАЦІЙНА ТЕХНОЛОГІЯ ПЕРЕРОБКИ НАПІВПРОДУКТІВ І ПОБІЧНИХ ПРОДУКТІВ У СПИРТОВОМУ ВИРОБНИЦТВІ

Ю. В. Булій, А. М. Куц, І. В. Карпович, Ю. В. Запорожець

Національний університет харчових технологій

Ефективність переробки напівпродуктів і побічних продуктів у спиртовому виробництві залежить від ступеня очищення етилового спирту від органічних домішок і витрати гріючої пари в брагоректифікаційній установці. Відомі способи переробки спиртовмісних фракцій передбачають проведення глибокої гідроселекції і збільшення витрати гріючої пари в розгінній колоні в середньому на 28,7% (від 2,56 до 3,59 кг/кг безводного спирту). Подовження часу перебування рідини на тарілках колони до 30—40 с підвищує ефективність масообміну між рідиною і парою та створює умови для максимального видалення летких домішок.

У НУХТ розроблена інноваційна технологія циклічної ректифікації, яка передбачає проведення контрольованих циклів затримки рідини на тарілках колони та її переливу без переривання подачі гріючої пари. Для її реалізації розроблено конструкцію ректифікаційної колони, встановлені гідродинамічні режими роботи сітчастих і лускоподібних тарілок в циклічному режимі: визначена швидкість пари у вільному перерізі колони й отворах тарілок для проведення масообміну і переливу рідини.

Отримані у виробничих умовах результати досліджень довели переваги і доцільність використання технічного рішення: в процесі переробки спиртовмісних фракцій цілком видаляються головні домішки, ступінь вилучення вищих спиртів сивушної олії зростає на 38%, метанолу — на 15,6%, кратність концентрування головних домішок збільшується на 25%, вищих спиртів — на 40%, метанолу — на 34%. При цьому витрати пари в колоні зменшуються на 40% порівняно з типовими установками, які працюють в стаціонарному режимі, і не перевищують 12 кг/дал безводного спирту, що вводиться з живленням.

Ключові слова: брагоректифікаційна установка, розгінна колона, спирт, пара, спиртовмісні фракції, домішки, циклічна ректифікація.

Постановка проблеми. Енергетична залежність індустріально розвинених країн від постачальників природного газу і нафти вимагає пошуку альтернативних джерел енергії, одним із яких є етиловий спирт (біоетанол). Для забезпечення конкурентоспроможності біоетанолу перед вуглеводневими енергоносіями необхідною умовою є розробка і впровадження інноваційних ресурсо-, енергозберігаючих і безвідходних технологій та підвищення експлуатаційних і технологічних характеристик брагоректифікаційних установок (БРУ) (Українець, Шиян, & Сосницький, 2006).

Отримання ректифікованого етилового спирту високої якості можливе за умови більш повного вилучення та концентрування летких домішок на тарілках ко-

лонного обладнання (Марценюк, Малезик, & Зоткіна, 2019). Для цього використовують закритий обігрів колон, збільшують кількість тарілок: у бражній — від 25 до 28—30, епіюраційній — від 40 до 60, ректифікаційній — від 78 до 88—90, сивушній — від 60 до 80, розгінній — від 40 до 60 тарілок. Для підвищення коефіцієнтів ректифікації головних і частини проміжних домішок, зокрема ізопропілового спирту, проводять їх гідроселекцію в епіюраційній і розгінній колонах (Мищенко, Кизюн, Можаровська, & Олійник, 2020). Через необхідність видалення головних домішок у ректифікаційній колоні збільшують зону пастеризації від 3—5 до 10—15 тарілок. Для видалення метилового спирту, естерів, альдегідів і покращення органолептичних показників товарного спирту БРУ оснащують колоною кінцевого очищення, дія якої відбувається в режимі повторної епіюрації (Українець, Шиян, & Сизько, 2010).

У БРУ одночасно з виділенням летких домішок завдяки реакції етерифікації відбувається новоутворення органічних сполук, які погіршують якість спирту і зменшують його вихід. Так, під час перегонки дозрілої бражки разом з виділенням летких сполук відбувається новоутворення низки речовин, які ускладнюють подальше очищення спирту. Новоутворення естерів, альдегідів і ацеталей органічних кислот відбувається завдяки взаємодії спиртів, кислот і альдегідів, продуктів розпаду амінокислот, сірчистих з'єднань та інших сполук, які містяться в бражці.

Походження органічних домішок може бути різним. Деякі потрапляють із сировиною, водою і парою, інші утворюються під час перебігу хімічних і біохімічних реакцій у процесах бродіння, перегонки бражки, очистки спирту, а також під час його зберігання в металевих резервуарах.

Для видалення домішок відомі способи переробки спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів спиртового виробництва передбачають проведення глибокої гідроселекції і збільшення витрати грюючої пари в розгінній колоні (РК) в середньому на 28,7% (від 2,56 до 3,59 кг/кг безводного спирту). Через недостатній інтервал часу контакту пари і рідини на тарілках колон коефіцієнти корисної дії контактних пристроїв не перевищують 0,4...0,6 (Шиян, Сосницький, & Олійничук, 2009). Для здійснення ефективного масообміну необхідною умовою є визначений час контакту, який має експериментальний характер. Перспективним напрямком для вирішення цієї проблеми є використання нестационарного (циклічного) режиму роботи колонного обладнання завдяки почерговій зміні періодів пропускання пари і переливу рідини (Kiss, & Bildea, 2011; Maleta, Shevchenko, Bedryk, & Kiss, 2015).

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Дослідження фізико-хімічних умов розділення багатокомпонентних систем у режимі контрольованих циклів ректифікації, розробка на основі законів термодинаміки раціональних методів розрахунку і конструювання ректифікаційних колон циклічної дії, роботи щодо комп'ютерного моделювання циклів затримки і переливу рідини розпочалися ще в 60—70-ті роки ХХ століття (Andersen та ін., 2018; Kiss, 2014; Flodman, & Timm, 2012). Авторам вдалося досягти збільшення парового навантаження на 48% за незмінного перепаду тиску без внесення конструкційних змін у колону, вдвічі збільшити пропускну здатність установки з ковпачковими тарілками порівняно з типовою при однаковому ступені розділення, розробити гідродинамічну модель

ректифікації з почерговим рухом фаз, теорію стрибкоподібної циклічної ректифікації — нового способу періодичного управління, в якому рух рідини залежав від пульсації парового потоку, та запропонувати новий тип тарілки, що являла собою традиційну сітчасту тарілку зі спеціальною похилою ділянкою для уповільнення зливу рідини (Nielsen, Huusom, Abildskov, & Based, 2017; Toftegard, Clausen, Jorgensen, & Abildskov, 2016; Rasmussen, Mansouri, Zhang, Abildsko, & Huusom, 2020).

З огляду на зростання цін на енергоносії інтерес до вивчення циклічних способів ректифікації в останні роки значно зріс і в Україні. В Національному університеті харчових технологій були запропоновані спеціальні клапанні контактні пристрої, які забезпечували контрольовані цикли затримки та переливу рідини (патент UA 60566. Масообмінна контактна тарілка). Пілотні випробовування пристроїв довели можливість зменшення питомої витрати гріючої пари в установках циклічної дії на 30% порівняно з типовими. Недоліки пристроїв: залежність роботи переливних пристроїв від тиску пари, обмеженість ректифікаційної колони по висоті, необхідність встановлення проміжних тарілок, виникнення імпульсу запізнення відкриття та закриття рухомих клапанів тощо.

Незважаючи на отримані позитивні результати досліджень, вищеописані способи і моделі не знайшли широкого практичного застосування. Відсутність масообміну в паровий період, коливання тиску пари в колекторі, кубовій частині колони і дефлегматорі негативно впливали на якість готового продукту та роботу інших колон. Складність конструктивних рішень для підтримання циклічного режиму не забезпечувала надійність роботи колонного обладнання.

Для вирішення актуального завдання співробітники кафедри біотехнології продуктів бродіння і виноробства НУХТ і ТОВ «ПІСЕР» запропонували інноваційну технологію ректифікації, яка передбачає циклічний рух рідини по тарілках колони зверху до низу без переривання подачі гріючої пари (Булій, Шиян, Куц, & Кириленко, 2017). Для її реалізації була розроблена конструкція ректифікаційної колони (патент UA 116565. Ректифікаційна колона з керованими циклами). Ефективність технічних рішень визначали в процесі переробки напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації. Для проведення досліджень експериментальна РК була оснащена лускоподібними тарілками і рухомими переливними пристроями, з'єднаними з приводними механізмами, дія яких відбувалася відповідно до програми контролера.

Мета статті: вдосконалення технології циклічної ректифікації, розробка конструкції ректифікаційної колони для забезпечення циклічного руху рідини за безперервної подачі пари, дослідження ефективності інноваційної технології в процесі переробки спиртовмісних напівпродуктів і побічних продуктів брагоректифікації, визначення оптимальних технологічних режимів роботи РК, питомої витрати пари, ступеня вилучення і кратності концентрування летких домішок спирту.

Для досягнення поставленої мети першочерговим завданням було визначення гідродинамічних режимів роботи сітчастих і лускоподібних тарілок:

- встановлення робочого діапазону швидкості пари у вільному перерізі РК та в отворах тарілок (нижньої межі, за якої провал рідини з верхньої тарілки на нижче розташовану тарілку припинявся, і верхньої межі, за якої відбувалося винесення рідини на верхні тарілки);

- визначення швидкості пари в отворах тарілок, за якої відбувався інтенсивний перелив рідини з верхніх тарілок на нижні.

Матеріали і методи. Для оцінювання отриманих результатів досліджень використовувались аналітичні, хімічні, фізико-хімічні та розрахункові методи аналізу, що застосовуються у виробництві ректифікованого етилового спирту.

Витрати рідини. Витрати спиртовмісних фракцій, води, кубової водно-спиртової рідини, ректифікованого спирту і концентрату домішок контролювали за допомогою витратомірів постійного перепаду тиску РМ (Хансуваров, & Цейтлин, 2015). Принцип їх дії заснований на сприйнятті динамічного напору контрольованого середовища, що залежить від витрати рідини, чутливим елементом (поплавком), поміщеним у потік. У потоці рідини чутливий елемент переміщувався по висоті витратоміра. Покази знімали по шкалі, градуйованій по воді в $\text{дм}^3/\text{год}$.

Швидкість пари у вільному перерізі колони визначали за допомогою вихрового витратоміра (VFM), оснащеного стрижнем відкидання, розташованим на шляху потоку пари, з якого викидаються вихори. Частота відкидання змінювалась лінійно залежно від швидкості пари. Розміщення п'єзоелектричного датчика нижче потоку і розрахунок пікової частоти його сигналу давали змогу фіксувати швидкість пари та її витрату (Dattarajan, Pali, Fernandes, Gadwal, & Hulwan, 2019).

Концентрацію етилового спирту у водно-спиртових розчинах визначали ареометричним методом (Янчевський, Ковальчук, Кравчук, Попова, & Олійник, 1999). Дослідний розчин наливали в скляний циліндр об'ємом 250 см^3 , вимірювали температуру термометром з ціною поділки $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$, після чого занурювали спиртомір АСП-1. За показами спиртоміра і спеціальними таблицями поправок на температуру знаходили дійсну концентрацію етилового спирту за температури $20 \text{ }^\circ\text{C}$ (Янчевський, Олійничук, Кравчук, Ковальчук, & Михайло, 2002).

Концентрацію летких домішок спирту (естерів, альдегідів, вищих спиртів сивушної олії і метанолу) в живленні, кубовій рідині РК, концентраті домішок і ректифікованому етиловому спирті визначали на газовому хроматографі з колонкою HP FFAP 50 $\text{m} \times 0,32 \text{ m}$. Аналіз дослідних проб проводили в триразовій повторності. Визначальними обиралися середні величини (Plutowska, & Wardenski, 2008; Steven, & Lehotay, 2002; Dewulf, 2002).

Ступінь вилучення (α) і кратність концентрування (β) летких домішок спирту розраховували за формулами:

$$\alpha = \frac{X_{\text{жс}}}{X_{\text{куб}}}; \beta = \frac{X_{\text{кес}}}{X_{\text{жс}}};$$

де $X_{\text{жс}}$, $X_{\text{кес}}$, $X_{\text{куб}}$ — відповідно, концентрація домішок на тарілці живлення, естеросивушному концентраті і кубовій водно-спиртовій рідині, $\text{мг}/\text{дм}^3$ у перерахунку на безводний спирт (б.с.) (Шиян, Сосницький, & Олійничук, 2009).

Викладення основних результатів дослідження. Дослідження проводились у виробничих умовах Чуднівської філії ДП «Житомирський лікеро-горілчаний завод». Експериментальна РК була виготовлена з нержавіючої сталі марки AISI 304 і оснащена лускоподібними тарілками арочного типу. Технічна характеристика: діаметр — 630 мм; кількість тарілок — 30; відстань між тарілками — 300 мм; площа перерізу отворів — $19,42 \text{ мм}^2$; товщина полотна тарілки — 3 мм; живий переріз тарілки: в період перебування рідини на полотні — 5,5%; в період переливу рідини — 51,7%.

Фрагмент РК з рухомими тягами і закріпленими на них клапанами представлений на рис. 1.

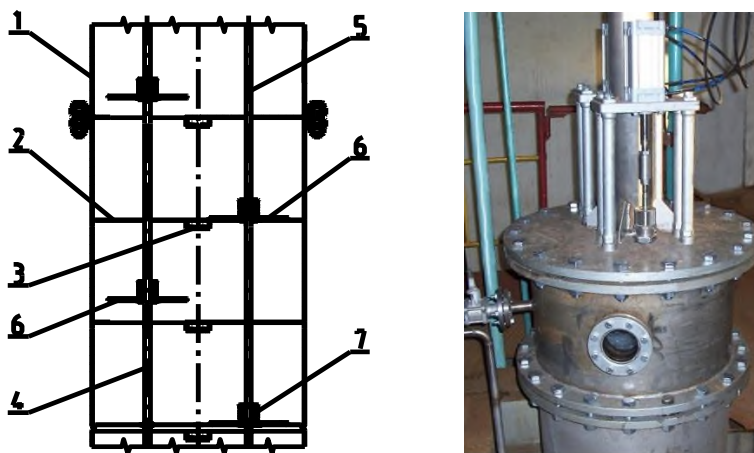


Рис. 1. Фрагмент дослідної РК з рухомими клапанами:
1 — корпус; 2 — тарілки; 3 — контактні елементи (тарілки); 4, 5 — тяги;
6 — клапани; 7 — пружини

Колона містила корпус 1, тарілки 2 з контактними елементами 3, рухомі тяги 4 і 5, на яких були закріплені клапани 6 і пружини 7. Тяги рухались вгору і вниз періодично під дією приводних механізмів (пневмоциліндрів двосторонньої дії типу DNT компанії FESTO). При цьому клапани 6 по чергові закривали і відкривали отвори для переливу рідини. Управління пневмоциліндрами відбувалося відповідно до програми контролера. Дія колони передбачала проведення контрольованих у часі циклів затримки рідини на тарілках і синхронного її переливу з тарілки на тарілку по всій висоті колони у два послідовних етапи, що повторювались періодично в часі, по чергові, за заданим алгоритмом без переривання подачі пари і рідини (патент UA 89874. Спосіб переливу рідини по тарілках колонного апарата у процесі масообміну між парою та рідиною). Інтервал рідинної затримки визначався експериментально залежно від ступеня вилучення летких домішок спирту та кратності їх концентрування і становив 30—40 с.

Технічне рішення давало змогу здійснювати повний і дробний перелив рідини (рис. 2). Згідно з другим способом (патент UA 141245. Спосіб переливу рідини по тарілках масообмінного колонного апарата) на першій стадії з верхньої тарілки на нижню переливалася частина рідини (30—70% від її об'єму), а після закінчення заданого часу затримки рідини переливалися її залишки.

Апаратно-технологічна схема включення експериментальної РК в схему БРУ показана на рис. 3. Схемою передбачалось введення на тарілку живлення головної фракції етилового спирту, погонів із конденсаторів бражної колони і сепаратора вуглекислого газу, сивушного спирту та підсивушної промивної води.

На першому етапі досліджували гідродинамічні режими роботи сітчастих і лускоподібних тарілок для забезпечення циклічного режиму роботи колони.

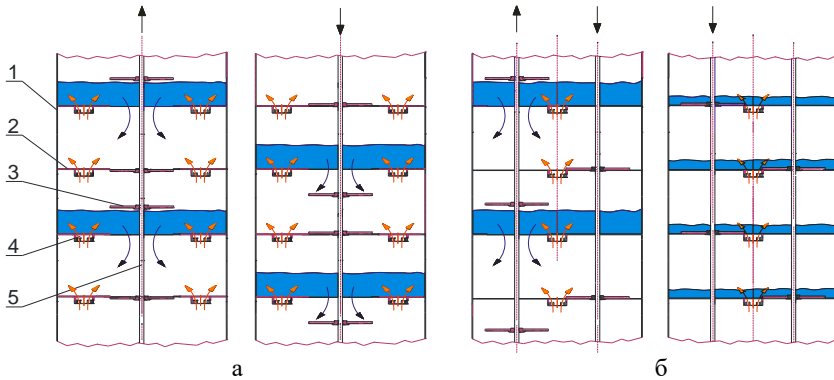


Рис 2. Повний (а) і дробний (б) способи переливу рідини: 1 — корпус ректифікаційної колони; 2 — тарілка; 3 — клапан; 4 — контактний елемент; 5 — рухома тяга

Для цього експериментальним шляхом визначали гранично допустиму швидкість пари, яка відповідала нижній і верхній межі роботи тарілок, і оптимальну робочу швидкість пари у вільному перерізі колони й отворах тарілок. Нижня межа відповідала такій швидкості пари, за якої провал рідини через отвори тарілок припинявся, а верхня межа відповідала такій швидкості пари, за якої розпочиналось винесення рідини на верхні тарілки. Встановлено, що швидкість пари у вільному перерізі колони, оснащеної сітчастими тарілками, не повинна перевищувати 0,7 м/с. За такої швидкості пари бризковиніс рідини був неможливим. Мінімальна швидкість пари в отворах, за якої рідина утримувалась на тарілках, становила 4—5,5 м/с. Ефективний масообмін між рідиною і паром відбувався за оптимальної швидкості пари в отворах у межах 7,5—8,0 м/с. У разі використання лускоподібних тарілок швидкість пари у вільному перерізі колони доцільно підвищити до 1,2 м/с і більше. В період масообміну швидкість пари в отворах лусок повинна становити 12—14 м/с (струменевий режим). Провалювання рідини через отвори лусок спостерігалось у разі зменшення швидкості пари в отворах нижче нижньої критичної межі, а саме 6,5—7,5 м/с. Інтенсивний перелив рідини відбувався за швидкості пари в отворах 1,5—1 м/с (Булій, Ободович, & Сидоренко, 2019).

На другому етапі досліджували ефективність інноваційної технології в процесі розгонки спиртовмісних фракцій: визначали оптимальний технологічний режим роботи РК, питому витрату пари, ступінь вилучення і кратність концентрування легких домішок спирту. На тарілку живлення подавали спиртовмісні фракції в кількості 135 дм³/год в перерахунку на безводний спирт (б. с.). З них головної фракції етилового спирту — 8,5%, погонів із конденсатора бражної колони — 9,4%, конденсатора сепаратора вуглекислого газу — 3,0%, сивушного спирту — 1,5%, підсивушної промивної води — 1,5%. Час затримки рідини на тарілках становив 30 с, час переливу — 1,7 с. Тиск у кубовій частині РК дорівнював 17,5 кПа, у верхній її частині 2—5 кПа. Температура в кубі колони дорівнювала 102—103 °С, у верхній частині 90—91 °С, води на охолодження на вході в конденсатор 15 °С, на виході після дефлегматора 65 °С. Воду на гідроселекцію в кількості 2400 дм³/год насосом 2 подавали із збірника 1 через ротаметр 3 на верхню тарілку колони. Концентрація етилового спирту на тарілках концентраційної ча-

стини становила 7% об., а в кубовій частині 4—5% об. Спиртовмісні фракції підігрівались теплом лютерної води в збірнику 20, з якого насосом 19 подавались на тарілку живлення.

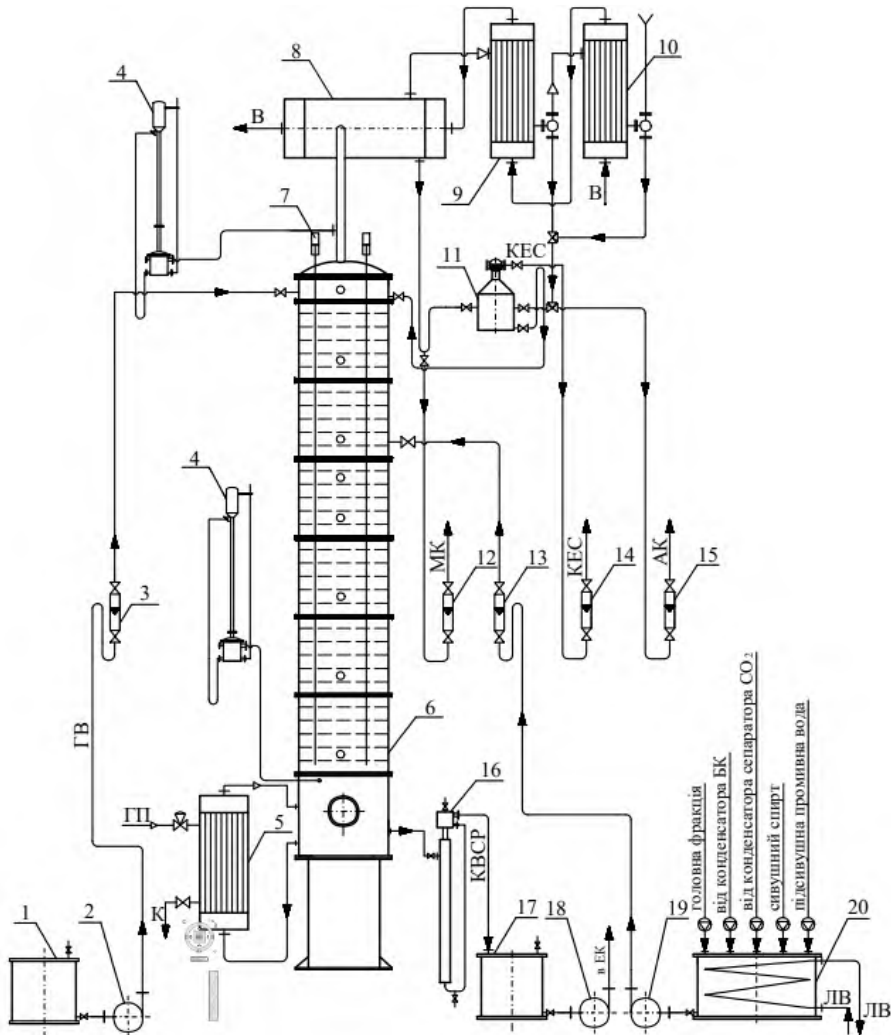


Рис. 3. Апаратурно-технологічна схема установки для вилучення етилового спирту із спиртвмісних фракцій: 1 — збірник пом'якшеної води; 2, 18, 19 — відцентрові насоси; 3, 12, 13, 14, 15 — витратоміри; 4 — вакуум-перервачі; 5 — випарник; 6 — розгінна колона; 7 — пневматичні циліндри; 8 — дефлегматор; 9 — конденсатор; 10 — спиртвовловлювач; 11 — декантатор; 16 — гідравлічний затвір; 17 — збірник КВСП; 20 — збірник спиртвмісних фракцій
Умовні позначення: В — вода на охолодження; ГВ — вода на гідроселекцію; ГП — гріюча пара; ЕК — епіораційна колона; К — конденсат пари; КВСП — кубова водно-спиртова рідина; КЕС — концентрат естеро-сивушний; АК — альдегідний концентрат; МК — метанольний концентрат; ЛВ — лютерна вода

Звільнену від головних і частини проміжних летких домішок кубову водно-спиртову рідину (КВСП) насосом 18 перекачували у верхню зону концентраційної

частини епюраційної колони (ЕК). Пара з верхньої частини колони 6 надходила в дефлегматор 8, в якому конденсувалися переважно вода, вищі спирти, частково складні естери та етанол. В конденсаторі 9 відбувалася конденсація низькокиплячих альдегідів і метилового спирту, пари яких не сконденсувалися в дефлегматорі. Флегму із дефлегматора 8 і більшу частину конденсату головних і кінцевих домішок із конденсатора 9 направляли в декантатор 11. У декантаторі гетерогенна суміш розшаровувалась, утворюючи верхній шар — КЕС, що містив естери, вищі спирти та частину альдегідів, і нижній шар — водно-спиртову рідину, звільнену від головних, частини проміжних і кінцевих домішок. КЕС виводили із установки через витратомір 14, а рідину із нижньої частини декантатора 11 у вигляді флегми подавали на верхню тарілку РК. Частину флегми виводили з установки у вигляді метанольного концентрату (МК) через витратомір 12, а з конденсатора 9 відбирали альдегідний концентрат (АК) через витратомір 15.

Для розрахунку ступеня вилучення (α) і кратності концентрування (β) домішок спирту відбирали дослідні проби живлення, КВСП, КЕС, рідину з 2-, 6-, 11-, 17- і 26-ї тарілок колони і проводили їх хроматографічний аналіз. Встановлено, що для отримання високоякісного спирту відбір КЕС повинен становити 0,23—0,27%, АК потрібно відбирати у співвідношенні 1:2—1:2,5 до КЕС, а МК відбирати у разі, якщо концентрація метанолу в КВСП перевищує 0,001% об.

Практично доведено, що організація диференційованого відбору домішок із зон їх максимального накопичення, автономне регулювання їх співвідношення залежно від якісного складу живлення дали змогу підвищити ефективність переробки (Маринченко, Домарецький, Шиян, Швець, Циганков, & Жолнер, 2000). Розділення гетерогенної суміші в декантаторі, відбір МК і АК сприяли зниженню вмісту в кубовій рідині головних, частини проміжних і кінцевих домішок (метилового спирту, ацетальдегіду, н-пропілового та ізопропілового спиртів, кротонового альдегіду, акролеїну), а також складних естерів (метилацетату, етилацетату, етилформиату та етилбутирату), завдяки чому якість ректифікованого спирту підвищувалась. Результати хроматографічного аналізу дослідних проб наведені в табл. 1.

Таблиця 1. Розподілення легких домішок спирту по висоті РК

Назва домішки	Концентрація, мг/дм ³ (у перерахунку на б. с.)							
	Погони	КВСП	Номер тарілки					КЕС
			2	6	11	17	26	
Ацетальдегід	605,1	сліди	сліди	2,6	3,3	5,3	16,7	13591
Метилацетат	32,3	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	770,8
Етилацетат	509,4	сліди	сліди	4,7	8,3	18,6	сліди	15344
Ізобутилацетат	14,6	сліди	сліди	сліди	сліди	9,1	47,5	137,2
Ізоамілацетат	81,4	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	1652,9
Ізопропанол	2,0	сліди	сліди	сліди	1,0	4,4	12,5	42,2
н-пропанол	10064	1080,3	1419,3	2331,1	4894	8035,3	6254,5	53570
Ізобутанол	6851,2	6,5	7,6	47,9	347,5	1749,3	6718,3	204757
н-бутанол	36,1	сліди	5,4	8,6	23,4	24,1	28,7	379,9
Ізоамілол	10355	7,1	8,0	156,7	731,9	1672,4	8531,7	203312
н-пентанол	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	17,4

Продовження таблиці 1

Акролеїн	25,9	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	447,6
Кротональдегід	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	136,7
Альдегіди	605,1	сліди	сліди	2,6	3,3	5,3	16,7	13591
Естери	637,7	сліди	сліди	4,7	8,3	27,7	47,5	17905
Сивушна олія	27308	1093,9	1440,2	2544,4	5998	11485	21545	462079
Метанол, % об.	0,026	0,001	0,001	0,002	0,004	0,003	0,005	2,1
Етанол, % об.	82,0	5,4	10,0	13,0	13,0	12,4	7,0	68,0
Нетипові	25,9	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	447,6

Аналіз даних табл. 1 показав, що в циклічному режимі разом з головними ефективно вилучаються проміжні та кінцеві домішки, в повній мірі видалялися альдегіди (ацетальдегід), естери (метилацетат, етилацетат, ізобутилацетат, ізоамілацетат), нетипові (акролеїн, кротоновий альдегід), н-пентанол та ізопропіловий спирт. Серед естерів найвищу кратність концентрування мав етилацетат, найнижчу — ізобутилацетат. Із вищих спиртів сивушно́ї олії найбільш ефективно концентрувався ізобутанол, найменшу ступінь вилучення та кратність концентрування мав н-пропанол.

Розрахункові значення (α) і (β) для альдегідів, естерів, вищих спиртів сивушно́ї олії, метилового спирту і нетипових домішок (акролеїну) в умовах типової та циклічної ректифікації наведені в табл. 2.

Таблиця 2. Ступінь вилучення (α) і кратність концентрування (β) легких домішок спирту в режимі типової і циклічної ректифікації

Найменування домішки	Типова ректифікація		Циклічна ректифікація	
	α	β	α	β
Альдегіди	86,4	16,9	max	22,5
Естери	79,7	21,1	max	28,1
Сивушна олія	21,1	10,0	25,0	16,9
Метанол	16,2	67,4	26,0	102,3
Акролеїн	64,7	11,2	max	17,4

Кратність концентрування (β) ключових легких домішок спирту (альдегідів і вищих спиртів сивушно́ї олії) показана на діаграмі (рис. 4).

Аналіз даних табл. 2 і діаграми свідчить про переваги циклічної ректифікації порівняно з типовою. Експериментально доведено, що в процесі розгонки спиртовмісних фракцій альдегіди, естери і акролеїн видалялися в повній мірі, ступінь вилучення (α) вищих спиртів сивушно́ї олії зросла на 38%, а метанолу — на 15,6%. При цьому кратність концентрування (β) головних домішок збільшилась на 25%, вищих спиртів на 40%, метанолу на 34%, акролеїну — на 36%, а ізопропілового спирту на 42%.

Після включення в роботу РК вихід ректифікованого етилового спирту збільшився на 3,7%, а його показники відповідали вимогам нормативної документації. Витрати гріючої пари визначали із теплового балансу за витратами води на охолодження та її температурою на вході в конденсатор і виході із дефлегматора (Цыганков, 2010). Встановлено, що в умовах циклічної ректифікації витрати гріючої

пари зменшилися на 40% порівняно з типовими установками і не перевищували 12 кг/дал б. с., що вводиться із живленням. Для ефективного розділення в РК достатньо встановити 30 контактних пристроїв.

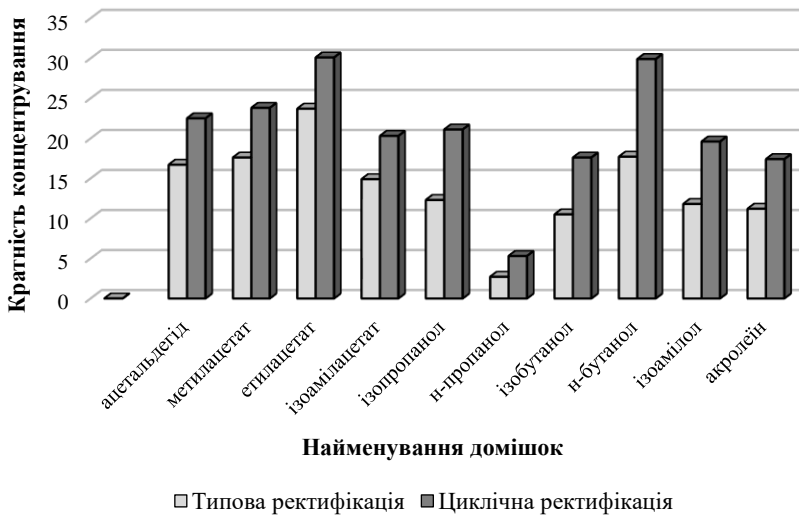


Рис. 4. Кратність концентрування (β) альдегідів і вищих спиртів сивушної олії в умовах типової і циклічної ректифікації

Висновки

1. Встановлені гідродинамічні режими роботи сітчастих і лускоподібних тарілок у циклічному режимі: швидкість пари у вільному перерізі колони, оснащеної сітчастими тарілками, не повинна перевищувати 0,7 м/с, лускоподібними 1,2 м/с; оптимальна швидкість пари в отворах сітчастої тарілки становить 7,5—8,0 м/с, лускоподібної 12—14 м/с; для інтенсивного переливу рідини швидкість пари в отворах не повинна перевищувати 1,5—1,0 м/с.

2. У процесі розгонки спиртовмісних фракцій в циклічному режимі в повній мірі видаляються головні домішки спирту, ступінь вилучення (α) вищих спиртів сивушної олії зростає на 38%, метанолу — на 15,6%, кратність концентрування (β) головних домішок збільшується на 25%, вищих спиртів на 40%, метанолу — на 34%, акролейну — на 36%.

3. Витрати пари в розгінній колоні циклічної дії зменшуються на 40% порівняно з типовими установками, які працюють в стаціонарному режимі, і не перевищують 12 кг/дал а. а., що вводиться з живленням.

Література

Булій, Ю. В., Ободович, О. М., Сидоренко, В. В. (2019). Визначення гідродинамічних характеристик роботи масообмінних колонних апаратів в циклічному режимі. *Теплофізика та теплоенергетика*, 41(4), 65—69.

Булій, Ю. В., Шиян, П. Л., Куц, А. М., Кириленко, Р. Г. (2017). Інноваційна технологія ректифікації в режимі контрольованих циклів затримки і переливу рідини. *Харчова промисловість*, 23(1), 144—151.

Маринченко, В. О., Домарецький, В. А., Шиян, П. Л., Швець, В. М., Циганков, П. С., & Жолнер, І. Д. (2003). *Технологія спирту*. Вінниця: «Поділля—2000».

Марценюк, О. С., Малежик, І. Ф., Зоткіна, Л. В. (2019). Тарілчасті апарати та їх удосконалення. *Наукові праці НУХТ*, 2, 121—133.

Міщенко, О. С., Кизюн, Г. О., Можаровська, А. А., Олійник, С. І. (2020). Енергоефективна технологія переробки фракції головної етилового спирту з отриманням спирту етилового ректифікованого. *Харчова промисловість*, 28, 115—122.

Українець, А. І., Шиян, П. Л., Сосницький, В. В. (2006). Перспективні напрямки енергозбереження в спиртовому виробництві. *Харчова і переробна промисловість*, 4, 4—12.

Українець, А. І., Шиян, П. Л., Сизько, В. Б. (2010). Сучасне обладнання спиртового виробництва. *Науково-технічні розробки та інноваційні технології*, 81—82.

Хансуваров, К. И., & Цейтлин, В. Г. (2015). *Техніка вимірювання тиску, витрат кількості та рівню рідини, газу та пару*. Київ: Наукова думка.

Шиян, П. Л., Сосницький, В. В., Олійничук, С. Т. (2009). *Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: монографія*. Київ: Видавничий дім «Асканія».

Янчевський, В. К., Ковальчук, В. П., Кравчук, З. Д., Попова, В. М., Олійник С. І. (1999). *Інструкція по хіміко-технологічному контролю лікеро-горілчаного виробництва*. Київ: УкрНДспиртбіопрод.

Янчевський, В. К., Олійничук, С. Т., Кравчук, З. Д., Ковальчук, В. П., Михайло, В. Н. (2002). *Таблиці спиртометрические. Справочное пособие*. Киев: УкрНИИспиртбіопрод.

Цыганков, С. П. (2010). *Биоэтанол*. Киев: ООО «НПП «Интерсервис».

Andersen, B. V., Nielsen, R. F., Udugama, I. A., Papadakis, E., Gernaey, K. V., Huusom, J. K., Mansouri, S. S., Abildskov, J. (2018). Integrated process design and control of cyclic distillation columns, *IFAC-PapersOnLine*, 51(18), 542—547.

Dattarajan, S., Pali, S., Fernandes, N., Gadwal, N., Hulwan, D. (2019). Measurement of steam quality using a vortex flowmeter, *Flow Measurement and Instrumentation*, 65, 227-232. DOI: 10.1016/j.flowmeasinst.2018.12.004.

Dewulf, J. (2002). Analysis of volatile organic compounds using gas chromatography. *Trac-trends in Analytical Chemistry*, 21(9—10), 637—646. <http://hdl.handle.net/1854/LU-158121>.

Flodman, H., Timm, D. (2012). Batch Distillation Employing Cyclic Rectification and Stripping Operations. *ISA Transactions*, 51(3), 454—460. DOI: 10.1016/j.isatra.2011.12.003.

Kiss, A., Bildea, C. (2011). A control perspective on process intensification in dividing-wall columns, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 50(3), 281—292. DOI: 10.1016/j.ccep.2011.01.011.

Kiss, A. A. (2014). Distillation technology — still young and full of breakthrough opportunities, *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, 89, 479—498. DOI: 10.1002/jctb.4262.

Maleta, B. V., Shevchenko, A., Bedryk, O., Kiss, A. A. (2015). Pilot-scale studies of process intensification by cyclic distillation, *AIChE Journal*, 61, 2581—2591.

Nielsen, R., Huusom, J., Abildskov, J., Based D. (2017). Design of Cyclic Distillation, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 56(38), 10833—10844. DOI: 10.1021/acs.iecr.7b01116.

Plutowska, B., Wardenski, W. (2008). Application of gas chromatography-olfactometry (GC-O) in analysis and quality assessment of alcoholic beverages — a review. *Food Chemistry*, 449—463. DOI: 10.1016/j.foodchem.2007.08.058.

Rasmussen, J., Mansouri, S., Zhang, X., Abildskov, J., Huusom, J. (2020). A mass and energy balance stage model for cyclic distillation. *AIChE Journal*, 66(8), 1002. DOI: 10.1002/aic.16259.

Steven, Lehotay, S. (2002). Application of gas chromatography in food analysis. *Trac-trends in Analytical Chemistry*, 21(9—10), 686—697.

Toftgard, B., Clausen, C. H., Jorgensen, S. B., Abildskov, J. (2016). New Realization of Periodic Cycled Separation, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 55(6), 1720—1730. DOI: 10.1021/acs.iecr.5b03911.