

УДК 663.551

## ПІДВИЩЕННЯ ЕНЕРГОЕФЕКТИВНОСТІ БРАГОРЕКТИФІКАЦІЙНИХ УСТАНОВОК І СТУПЕНЮ ОЧИСТКИ БІОЕТАНОЛУ

Булій Ю.В.<sup>1</sup>, канд. техн. наук, Ободович О.М.<sup>2</sup>, докт. техн. наук

<sup>1</sup> Національний університет харчових технологій, вул. Володимирська, 68, Київ, 01601, Україна

<sup>2</sup> Інститут технічної теплофізики НАН України, вул. Желябова, 2а, Київ, 03680, Україна

<https://doi.org/10.31472/ihe.3.2018.04>

Запропоновано спосіб керованої ректифікації, що дозволяє підвищити ефективність контактних пристроїв колонного обладнання брагоректифікаційних установок і скоротити питому витрату грючої пари до 30 %. Подовження часу перебування рідини на тарілках розгінної колони до 20 сек. дозволяє підвищити ступінь розділення спиртовмісних фракцій на 30 %. Затримка бражки на тарілках бражної колони до 12 сек. призводить до підвищення концентрації бражного дистилляту на 28 %.

Предложен способ управляемой ректификации, который позволяет повысить эффективность контактных устройств колонного оборудования брагоректификационных установок и сократить удельный расход греющего пара до 30 % по сравнению с типовыми установками. Увеличение времени пребывания жидкости на тарелках разгонной колонны до 20 сек. позволяет повысить степень разделения спиртосодержащих фракций на 30 %. Задержка бражки на тарелках бражной колонны до 12 сек. приводит к повышению концентрации бражного дистиллята на 28 %.

The method of controlled rectification, which improves the efficiency of contact devices of distillation and rectification column and reduces the specific consumption of the heating steam up to 30 % is proposed. Increasing the residence time of the liquid on the trays of the heads and fusels concentrating column to 20 seconds allows to increase the degree of separation of the alcohol-containing fractions by 30 %. The residence of beer on the trays of distillation columns up to 12 seconds gives the ability to increase the concentration of beer distillate by 28 %.

Бібл. 6, рис. 2, табл. 1.

**Ключові слова:** контрольовані цикли, грюча пара, головна фракція, колона, домішки спирту.

Ефективність контактної пристрою або брагоректифікаційної установки (БРУ) в цілому оцінюють за ступенем розділення суміші, що підлягає перегонці, та питомій витраті грючої пари. Контактні пристрої повинні відповідати наступним вимогам: забезпечувати на поверхні тарілки запас рідини (рідинної затримки), досягнення необхідної роздільної здатності при зміні навантаження по пару або рідині, малий гідравлічний опір паровому потоку, мінімальне винесення рідини з нижніх тарілок на верхні, можливість роботи апарата в різних адіабатичних умовах. Коефіцієнт їх корисної дії (ККД) залежить від конструкції, діаметра та вільного перерізу колони, її навантаження, відстані між тарілками, швидкості пари, фізичних властивостей суміші, що підлягає розділенню тощо. ККД визначають

дослідним шляхом. Для більшості тарілок його значення не перевищує 0,4...0,6 [1, 2].

За останні десятиліття запропоновано значну кількість нових контактних пристроїв, особливості яких ще недостатньо досліджені (наприклад, клапанні тарілки EDV, зображені на рис. 1).

В умовах високих цін на енергоносії для підвищення ККД тарілок та скорочення питомих витрат грючої пари зусилля дослідників направлені на вдосконалення конструкції контактних пристроїв. Технологічні розрахунки ректифікаційних колон припускають миттєве перенесення легких компонентів пари та рідини, не враховуючи термін контакту фаз або час перебування рідини на тарілці. Очевидно, існує межа, нижче якої час контакту рідини та пари недостатній для повного насичен-

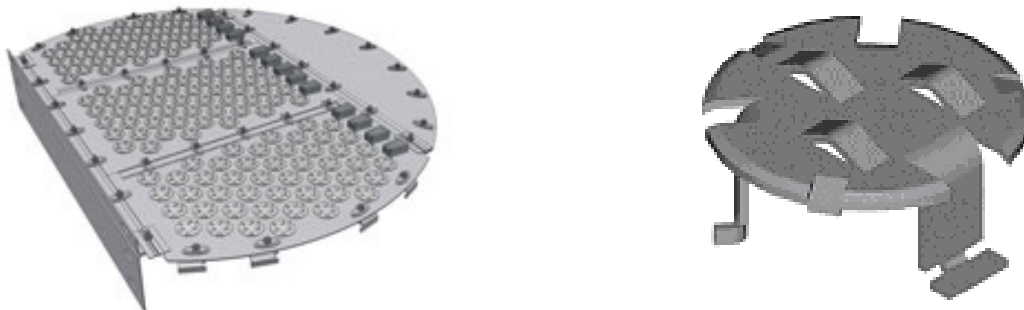


Рис. 1. Клапанні тарілки EDV.

ня пари легколеткими компонентами рідини, а рідини – важколеткими компонентами пари.

Враховуючи вищенаведене, авторами була запропонована технологія ректифікації, що передбачає контрольовані цикли затримки рідини на тарілках колонного обладнання БРУ і синхронного її переливу з парних та непарних за порядком розташування тарілок у два послідовних етапи, що повторюються періодично у часі по чергово відповідно до програми контролера [3, 4].

Фрагмент експериментальної колони показаний на рис. 2.

Метою роботи було дослідження енергоефективності розгінної і бражної колон, ступеню очистки етилового спирту в процесі розгонки головної фракції та ефективності процесу брагоперегонки при подовженні часу перебування рідини на тарілках для контакту з паром.

Для вирішення поставленої задачі експериментальна розгінна колона (РК) була оснащена провальними лускоподібними тарілками з коаксіальним розташуванням лусочок, що виключало односпрямованість руху рідини. Переливні отвори кожної тарілки по чергово відкривались та закривались рухомими клапанами, зв'язаними з приводними механізмами відповідно до програми контролера [5]. Зміна живого перерізу тарілок на 45-50 % приводила до миттєвого зменшення швидкості пари і забезпечувала пролив рідини через переливні отвори та щілини лусок. Завдяки цьому час переливу скорочувався від 5 до 2 сек. При цьому інтервал рідинної затримки збільшували до 20 сек. Дослідження проводили на Чудновському спиртовому заводі.



**Рис. 2. Експериментальна РК з контрольованими циклами затримки і переливу рідини.**

*Результати досліджень.* На першому етапі досліджень на тарілку живлення РК подавали головну фракцію спирту етилового (ГФ). Її витрати становили 10 % від спирту, що надходив з бражкою. На верхню тарілку колони безперервно надходила гаряча пом'якшена вода для гідроселекції летких органічних домішок із розрахунку, що концентрація етилового спирту в кубовій рідині становила 5...6 % об. Із конденсатора РК відбирали концентрат головної фракції (КГФ) в кількості 0,15 %, контролюючи якість ректифікованого спирту. Для досліджень відбирали проби кубової рідини, флегми, концентрату, а також рідину з 6, 11, 17, 21, 25-тої тарілок через 72 години після зміни режиму роботи колони. Кожну серію дослідів проводили в триразовій повторності з інтервалом між дослідом 24 год. Визначальними обиралися середні величини. Результати хроматографічних досліджень розподілення ключових летких домішок спирту по висоті РК представлені в таблиці 1.

Аналіз отриманих результатів показав, що при подовженні часу перебування рідини на тарілках РК до 20 сек. всі без виключення леткі домішки, починаючи з 25-тої тарілки, приймали характер головних. В процесі розгонки найбільшу ступінь вилучення мали естери та альдегіди. Відомо, що домішки дванадцяти естерів надають спирту неприємного запаху – смолисто-гнилісного, прогірклого, затхлого, прілого, кисло-сирного, паленого тощо. Такі домішки, як пропілацетат, етилпропіонат, етилбутират характерні для спирту, виробленого із неякісної зернової сировини. До складу такого спирту можуть входити етилформиат і пропілформиат. Вони надають спирту відтінки від пліснявілих до кисло-смолисто-затхлих запахів. В процесі ректифікації ці домішки вилучаються складно, оскільки їх леткість близька до леткості етилового спирту. Зазвичай кількість естерів в ректифікованому спирті із крохмалевмісної сировини майже в п'ять разів перевищує суму вищих спиртів та альдегідів.

Як видно із таблиці 1, до складу естерів, що містяться в ГФ, входять етилацетат і в меншій кількості етилбутират. Етилбутират надає товарному спирту різкий запах. Практично доведено, що запропонований спосіб забезпечує його повне видалення. Відсутність етилформиату свідчить про відповідну якість зернової сировини.

Альдегіди характеризуються сильним запахом. При взаємодії альдегідів і спиртів утворюються ацеталі та напівацеталі, які крім ацеталів оцтового, пропіонового та масляного альдегідів погіршують якість спирту. В ректифікованому спирті допускається присутність ацетальдегіду, який в нормативних кількостях не впливає на його органолептичні показники.

Кротоновий альдегід, як і акролеїн, відноситься до насичених альдегідів, має гострий запах та неприємний

Табл. 1. Розподілення ключових летких домішок етилового спирту по висоті РК

Домішки	Концентрація летких домішок по тарілках, мг/дм <sup>3</sup>							
	кубова рідина	т. 6	т. 11	т. 17	т. 21	т. 25	флегма	КГФ
Альдегіди	0,45	0,21	1,98	3,97	22,31	23,96	1358,53	2046,24
ацетальдегід	0,45	0,21	1,98	3,97	22,31	23,96	1349,72	2032,70
кротоновий	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	сліди	8,81	13,54
Естери	сліди	сліди	сліди	0,97	137,67	83,43	13293,62	16287,51
етилацетат	сліди	сліди	сліди	0,97	128,96	70,97	13247,40	16242,76
етилбутират	сліди	сліди	сліди	сліди	8,71	12,46	46,22	44,75
Сивушне масло	103,96	441,90	461,29	529,59	688,77	889,82	6168,71	4151,27
н-пропанол	88,27	347,98	349,42	403,85	521,83	618,48	2062,67	1358,02
ізобутанол	6,67	56,22	64,63	77,88	93,42	130,97	2432,19	1766,78
ізопентанол	8,28	36,95	46,41	46,74	71,95	138,24	1642,61	999,87
ізопропанол	0,74	0,75	0,83	1,12	1,57	2,13	31,24	26,54
Метанол, % об.	0,027	0,054	0,102	0,135	0,173	0,189	4,206	1,013

смак. В умовах глибокої гідроселекції в режимі циклічної ректифікації кротоновий альдегід повністю видається із кубової рідини.

Разом з естерами та альдегідами високу ступінь вилучення мали вищі спирти сивушного масла: ізопропанол, н-пропанол, ізобутанол, ізопентанол та н-бутанол. Ці проміжні домішки разом з метиловим спиртом більше концентрувались в дефлегматорі колони. На відміну від головних та проміжних домішок метиловий спирт в процесі бродіння утворюється в незначних кількостях в результаті термічного розпаду пектинових речовин при тепловій обробці сировини. Метанол відноситься до кінцевих домішок і на відміну від головних вилучається із висококонцентрованих розчинів, вміст етилового спирту в яких складає 60 % мас. і більше [1]. Отримані результати свідчать про високу ступінь вилучення та кратність його концентрування при використанні запропонованого способу в умовах глибокої гідроселекції домішок.

Для оцінки енергоефективності експериментальної РК визначали питому витрату гріючої пари в процесі вилучення етилового спирту із ГФ. Витрати гріючої пари ( $G_n$ ) розраховували, виходячи із теплового балансу за витратами води на охолодження та її температурою на вході в конденсатор і на виході із дефлегматора, за формулою:

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

де  $G_b$  – витрати води на охолодження, дм<sup>3</sup>/год.,

$G_b = 1058$  дм<sup>3</sup>/год.;

$C_b$  – теплоємність води,  $C_b = 4,19$  кДж/(кг·град);

$t_1$  – температура води в колекторі, °С,  $t_1 = 15$  °С;

$t_2$  – температура води після дефлегматора, °С,  $t_2 = 65$  °С;

$r$  – прихована теплота пароутворення при тиску 101,3 кПа (для води  $r = 2256$  кДж/кг);

1,05 – коефіцієнт, який враховує втрати тепла гріючої пари по висоті РК з урахуванням ізоляції її обичайок.

Питому витрату гріючої пари ( $G_n^{\text{пит}}$ , кг/дал абсолютного алкоголю (а.а.), введеного на тарілку живлення), розраховували за формулою:

$$G_n^{\text{пит}} = \frac{G \cdot 100}{V_{\text{ГФ}} \cdot C_{\text{ГФ}}} = 13 \text{ кг/далл а.а.}, \quad (2)$$

де  $V_{\text{ГФ}}$  – витрата ГФ спирту етилового, дал/год.,

$V_{\text{ГФ}} = 8,5$  дал/год.;

$C_{\text{ГФ}}$  – концентрація етилового спирту в ГФ, % об.,

$C_{\text{ГФ}} = 93,3$  % об.

В процесі розгонки головної фракції при затримці рідини на тарілках до 20 сек. ступінь вилучення альдегідів, вищих спиртів сивушного масла та метилового спирту зростала в середньому на 30 %, кратність концентрування головних та верхніх проміжних домішок підвищувалась на 32 %. При цьому витрати гріючої пари на процес розгонки скорочувались на 30 % в порівнянні з типовими установками – до 13 кг/дал а.а., введеного на тарілку живлення РК.

На другому етапі проводились дослідження ефективності запропонованої авторами технології в процесі перегонки зрілої бражки. Встановлено, що подовження часу перебування бражки на тарілках до 12 сек. дозволяє підвищити концентрацію спирту в бражному дистилаті на 28 % в порівнянні з типовими бражними колонами. Коаксіальне розташування лусочок виключає

можливість утворення застійних зон та пригорання зважених частинок бражки, що подовжує експлуатаційний період роботи бражної колони без зупинки для проведення профілактичних робіт [6].

При цьому витрати гріючої пари на процес брагоперегонки скорочуються на 30 % в порівнянні з типовими бражними колонами і не перевищують 16 кг/дал а.а. бражки.

*Висновки.* Практично доведено доцільність подовження часу перебування рідини на тарілках колонного обладнання БРУ до моменту, близького до рівноважного стану фаз. Запропонована технологія дозволяє підвищити енергоефективність БРУ на 30 % завдяки зменшенню живого перерізу тарілок в момент масообміну на 45...50 %. При цьому ступінь розділення спиртовмісних фракцій зростає на 30 %, а концентрація бражного дистилату підвищується на 28 %.

Перспективним напрямком роботи є дослідження ефективності енергозберігаючої технології в процесах епіюрації бражного дистилату і очистки етилового спирту в епіюраційній та ректифікаційній колонах.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. *Цыганков П.С., Цыганков С.П.* Руководство по ректификации спирта. – М.: ПИЩЕПРОМИЗДАТ, 2001. – 400 с.

2. *Шиян П.Л., Сосницький В.В., Олійнічук С.Т.* Інноваційні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: Монографія. – К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. – 424 с.

3. *Пат. 60565 А, Україна, МПК(2006): В01D 3/00.* Спосіб перетікання рідини на тарілках колонних масообмінних апаратів / В.М. Малета, І.В. Щуцький, А.П. Дмитрук, Й.Б. Черняхівський.; Заявка № 2002129940; Заяв. 10.12.02; Опубл. 15.10.03, Бюл. № 10. – 2с.

4. *Пат. 89874, Україна, МПК(2009): В01D 3/00.* Спосіб переливу рідини по тарілках колонного апарата у процесі масообміну між парою та рідиною / А.П. Дмитрук, Й.Б. Черняхівський, П.А. Дмитрук, Ю.В. Булій.; Заявка № а200807767; Заявл. 06.06.08; Опубл. 10.03.10, Бюл. № 5. – 4с.

5. *Пат. 116565, Україна, МПК: В01D 3/30 (2006.01).* Ректифікаційна колона з керованими циклами / Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук, П.А. Дмитрук.; Заявка № u201612611; Заявл. 12.12.16; Опубл. 25.05.17, Бюл. № 10. – 5с.

6. *Булій Ю.В., Шиян П. Л., Дмитрук А.П., Куц А.М.* Оптимизация процесса перегонки спиртовой бражки. // Химия и технология пищи.- Каунас: ПИКТУ, 2015. – т. 49, № 1. – с. 20-28.



**INCREASING ENERGY EFFICIENCY OF  
CONTACT DEVICES OF THE DISTILLATION  
AND RECTIFICATION PLANTS AND DEGREE OF  
BIOETHANOL PURIFICATION**

**Bulii Yu.V.<sup>1</sup>, Obodovych O. M.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> *National Universtiy of Food Technology, 68, Volodymyrska str., Ukraine, Kyiv, 01601, Ukraine*

<sup>2</sup> *Institute of Engineering Thermophysics of the National Academy of Sciences of Ukraine, 2a, Zhelyabova str., Kyiv, 03680, Ukraine*

<https://doi.org/10.31472/ihe.3.2018.04>

The aim of the work was a study the energy efficiency of the heads and fusels concentrating column and beer still, the degree of purification of ethanol in the process of the separation of light fraction and the efficiency of the process of a beer distillation by increasing residence time of the liquid on the trays for contact with the vapor.

The technology of rectification with controlled cycles of fluid retention on the stages of the contact and its overflow without mixing to the adjacent trays is proposed. For implementing the method the experimental column was equipped with scaly trays with coaxial arrangement of scales, which excluded the linearity of the fluid motion. The overflow holes of each tray is alternately opened and closed by movable valves associated with the driving mechanism in accordance with the controller program. Change the cross-section of the trays at 45-50 % resulted in an immediate reduction of rate of vapor and provided the spilled liquid through the overflow hole and the gap of scales. Due to this time the overflow was reduced from 5 to 2 seconds.

It was studied that the increasing of the residence time of the beer on the trays to 12 seconds can increase the concentration of alcohol in beer distillate by 28 % in comparison with the standard columns.

The coaxial arrangement of scales eliminates the possibility of formation of stagnant zones and burning of suspended particles of a beer. Specific consumption of heating steam to the process distillation not exceed 16 kg/dl of absolute alcohol of a beer.

In the process of the separation of light fractions with the fluid retention on trays to 20 seconds a degree of extraction of aldehydes, higher alcohols of fusel oils and methyl alcohol grew on average by 30 %, the multiplicity of concentration of light and intermediate impurities increased by 32 %. The consumption of heating steam for the distillation process was reduced to 14 kg/dl of absolute alcohol.

To increase the efficiency of contact devices, it is advisable to prolong the residence time of the liquid on the trays until close to the equilibrium state of phases, and to provide overflow of liquid without mixing to the adjacent trays, to use trays with full compensation of co-current and alternating cross-section.

Ref. 6, fig. 2, table 1.

**Key words:** controlled cycles, heating steam, light fraction, column, alcohol impurities.

1. *Tsyigankov P.S., Tsyigankov S.P.* [Guide to the rectification of alcohol]. – Moskow: PISCHEPROMIZDAT, 2001. – 400 p. (in Rus.)

2. *Shyian P.L., Sosnytskyi V.V., Oliinichuk S.T.* [Innovative technologies for alcohol industry. Theory and practice: Monograph]. – Kiev: Vydavnychiy dim «Askaniia», 2009. – 424 p. (in Ukr)

3. *Maleta, V., Shchutskyi, I., Dmytruk, A., Cherniakhivskiy, Y.* (2003) [Method for flow-over of liquid on trays of column mass-transfer apparatus], Invention patent № 60565 UA, publ. 15.10.03, Vol. № 10. 2 p. (in Ukr.)

4. *Dmytruk A., Cherniakhovskiy Y., Dmytruk P., Bulii Yu.* (2010) [Method of liquid overflow on trays of column during mass exchange between vapour and liquid], Invention patent № 89874 UA, publ. 10.03.10, Vol. № 5. 4 p. (in Ukr.)

5. *Bulii Yu.V., Shyian P.L., Dmytruk A.P., Dmytruk P.A.* (2017) [Rectification column with controlled cycles], Invention patent № 116565 UA, publ. 25.05.17, Vol. № 10. 2 p. (in Ukr.)

6. *Bulyi Yu.V., Shyian P. L., Dmytruk A.P., Kuts A.M.* [Optimization of distillation of alcoholic beer // Himiya i tehnologiya pischi [Chemistry and technology of food], 2015. Vol.49.№1.P.20–28. (in Rus.)

*Отримано 05.07.2018*

*Received 05.07.2018*