

УДК 663.098, 663.664

ENERGY EFFICIENT TECHNOLOGY FOR PROCESSING THE ETHYL ALCOHOL HEAD FRACTION TO OBTAIN RECTIFIED ETHYL ALCOHOL

O. Mischenko, G. Kizyn, A. Mozharovska*State scientific institution "Ukrainian Research Institute for Alcohol and Biotechnology of Food products"***S. Oliynyk***National University of Food Technologies***Key words:**

rectified ethyl alcohol,
ethyl alcohol head fraction,
higher alcohols,
installation for rectification,
energy efficient processing
technology,
recovery of secondary heat

Article history:

Received 18.09.2020

Received in revised form
24.11.2020

Accepted 09.12.2020

Corresponding author:samchenko_irina94@
ukr.net**ABSTRACT**

Conducted researches of composition of the ethyl alcohol head fraction (EAHF) from various alcohol enterprises by physical and chemical parameters were carried out using standard gas chromatographic techniques according to DSTU 4222:2003 and DSTU 4646:2006. The analysis of the obtained results was carried out using experimental and mathematical-statistical methods of planning and processing the results of the experiment, their systematization and processing — with using modern software. According to the research results, a significant change in the composition of the EAHF was revealed, especially in terms of the content of higher alcohols.

Taking into account the obtained data, as well as many years of experience in operating previously developed installations for processing EAHF in the alcohol industry of different countries, an improved energy-efficient rectification unit was created for processing EAHF into rectified ethyl alcohol, in which the processes of concentration and separation of ethyl alcohol impurities were significantly improved. In addition, the installation provides for the operation of different columns at different operating pressures, which made it possible to create conditions for efficient recovery of the secondary heat of condensation of a water-alcohol pair of some columns for heating other columns.

The use of multiple heat recovery process in the developed installation provides a reduction in heating steam consumption by 40—45% in comparison with existing installations. The proposed configuration of the installation is easy to control and reliable in operation, which makes it possible to fully automate the EAHF processing process.

The developed installation is provided with technological regulations, other normative and technical documentation and the necessary engineering support during its implementation. This technology is completely ready for implementation and can be implemented both in the alcohol industry in Ukraine and in other countries.

DOI: 10.24263/2225-2916-2020-28-15

ЕНЕРГОЕФЕКТИВНА ТЕХНОЛОГІЯ ПЕРЕРОБКИ ФРАКЦІЇ ГОЛОВНОЇ ЕТИЛОВОГО СПИРТУ З ОТРИМАННЯМ СПИРТУ ЕТИЛОВОГО РЕКТИФІКОВАНОГО

О. С. Міщенко, канд. техн. наук

Г. О. Кизюн, канд. техн. наук

А. А. Можаровська

ДНУ «УкрНДІспиртбіопрод»

С. І. Олійник, канд. техн. наук

Національний університет харчових технологій

У статті досліджено склад фракції головної етилового спирту різних спиртових підприємств за фізико-хімічними показниками із застосуванням стандартних газохроматографічних методик згідно з ДСТУ 4222:2003 та ДСТУ 4646:2006. Аналіз отриманих результатів проведено з використанням експериментальних і математико-статистичних методів планування та обробки результатів експерименту із застосуванням сучасного програмного забезпечення.

Запропоновано конфігурацію установки, яка відрізняється простотою в управлінні і надійністю в експлуатації, що дає змогу повністю автоматизувати процес переробки ФГЕС. Розроблену установку забезпечено технологічним регламентом, іншою нормативно-технічною документацією та необхідним інжиніринговим супроводом при її реалізації. Технологія повністю готова до впровадження і може бути реалізована як у спиртовій галузі України, так і в інших країнах.

Ключові слова: спирт етиловий ректифікований, фракція головна спирту етилового, вищі спирти, ректифікаційна установка, енергоефективна технологія переробки, рекуперація вторинного тепла.

Постанова проблеми. В процесі переробки спиртової бражки на спирт етиловий ректифікований чи спирт етиловий технічний (окремих сортів) отримують відходи виробництва, серед яких фракція головна етилового спирту (ФГЕС). ФГЕС являє собою багатокомпонентну суміш, до складу якої входять, в основному, спирт етиловий, а також вода і ряд домішок, що містяться в бражці, отриманій з цукровмісної чи крохмалевмісної сировини. Оскільки ФГЕС містить повний спектр домішок спирту етилового (головні, хвостові, проміжні та кінцеві), для її переробки на спирт етиловий ректифікований необхідно будувати складні ректифікаційні установки, в окремих ректифікаційних колонах яких створюють оптимальні умови для концентрування та виділення тих чи інших груп домішок.

Установку для централізованої переробки ФГЕС було створено в Українському НДІ спиртової та лікеро-горілчаної промисловості (зараз ДНУ «УкрНДІспиртбіопрод») в 70-х роках минулого століття та впроваджено на ряді підприємств колишнього СРСР (Лужанський, Рогозянський, Кавказький спиртові заводи, хімкомбінат «Росія») із загальною потужністю переробки ФГЕС близько 4 млн дал на рік. Установка [1] складалася з чотирьох колон — розгінної (епюраційної), колони повторної епюрації, ректифікаційної та колони кінцевої очистки. До недоліків установки слід віднести недостатній ступінь розведення ФГЕС у розгінній колоні (30—35% об.), що зумовлює недостатній ступінь очистки готового продукту, а також застосування складної хімічної обробки ФГЕС для досягнення необхідних показників якості спирту ректифікованого. Крім того, в установці майже відсутні прийоми

рекуперації вторинного тепла і, як наслідок, відбувається значне споживання нагрівальної пари. З огляду на досвід експлуатації цієї установки ДНУ «УкрНДІспирт-біопрод» було розроблено та впроваджено у виробництво на ВАТ «Бахус» (Росія) [2] вдосконалену ректифікаційну установку для переробки ФГЕС з отриманням спирту етилового ректифікованого вищої очистки продуктивністю 3000 дал/добу. Подальший розвиток ця технологія отримала на Урецькому спиртзаводі (цех № 8 ОАО «Минск Кристал») в Республіці Білорусь, де було впроваджено установку продуктивністю 1200 дал/добу, яка успішно експлуатується понад 15 років, при цьому вихід спирту етилового ректифікованого «Вищої очистки» становить близько 87%. Установку оснащено сучасною АСУТП, що забезпечує стабільний високий вихід спирту ректифікованого та відмінну його якість, зокрема й органолептичні показники. Недоліком вказаної установки також є низький ступінь рекуперації вторинного тепла технологічних потоків, що спричиняє значні витрати нагрівальної пари — близько 75 кг/дал спирту ректифікованого.

Відсутність рекуперації тепла і, як наслідок, значні енергетичні витрати характерні також і для установок, розроблених вченими Національного університету харчових технологій (НУХТ). Так, наприклад, в установці для централізованої розгонки ФГЕС, розробленій П. С. Циганковим та П. Л. Шияном [3], декларуються витрати пари на рівні 60—70 кг/дал. У НУХТ розроблено також установку з централізованої розгонки ФГЕС [4], яку для зменшення питомих енерговитрат оснащено тепловим насосом відкритого циклу на водно-спиртовій парі концентраційної колони. Установка, яку впроваджено на Новокубанському спиртоконьячному комбінаті, дає змогу більш ніж на 40% скоротити енерговитрати на процес вилучення спирту з ФГЕС [5]. Недоліком вказаної установки є підвищена витрата електроенергії для роботи теплового насоса.

Мета дослідження: проведення моніторингу складу ФГЕС різних спиртових підприємств з розробленням енергоефективної технології переробки фракції головної етилового спирту з отриманням спирту етилового ректифікованого.

Матеріали і методи. Досліджується фракція головна етилового спирту ФГЕС згідно з ДСТУ 7402:2013 [6] та ТУ У 18-401-97 [7] за фізико-хімічними показниками із застосуванням:

- ареометричного методу визначення об'ємної частки етилового спирту за температури 20°C [6],

- газохроматографічного методу визначення масової концентрації альдегідів (ацетальдегід) із використанням газового хроматографа Кристал-2000М [8],

- газохроматографічного методу визначення масової концентрації естерів (метилацетат, етилацетат, ізобутиацетат, ізоамілацетат, етилбутират) із використанням газового хроматографа Кристал-2000М [8],

- газохроматографічного методу визначення масової концентрації сивушного масла (2-пропанол, 2-бутанол, 1-пропанол, ізобутиловий спирт, 1-бутанол, ізоаміловий спирт, 1-пентанол) із використанням газового хроматографа Кристал-2000М [8],

- газохроматографічного методу визначення об'ємної частки метилового спирту (газовий хроматограф Кристал-2000М) [8],

- газохроматографічного методу визначення масової концентрації ацетону, 2-бутанону, 1-гексанолу, 2-фенілетанолу, кротональдегіду (газовий хроматограф Кристал-2000М) [9].

Під час досліджень використано експериментальні і математико-статистичні методи планування та обробки результатів експерименту. Результати досліджень систематизовано й оброблено із застосуванням сучасного програмного забезпечення.

Результати дослідження. Слід відзначити, що останнім часом у зв'язку зі зростанням вимог до спирту етилового ректифікованого сорту «Люкс» і сорту «Пшенична сльоза» та спричинені цим зміни в технології брагоректифікації, суттєво змінився склад ФГЕС, особливо в частині вмісту вищих спиртів, концентрація яких часто перевищує вимоги чинних нормативних документів (НД) на фракцію головну. Зважаючи на це, досліджено склад ФГЕС, яку виробляють виробничі підрозділи ДП «Укрспирт». Результати досліджень наведено в таблиці. Як видно з даних таблиці, в половині досліджених зразків ФГЕС вміст вищих спиртів (сивушного масла) перевищує 2 г/дм^3 , що не узгоджується з нормативними документами на ФГЕС (наприклад, ДСТУ 7402:2013, ТУ У 18-401-97 тощо). Це перш за все вказує на необхідність внесення змін до чинних нормативних документів для приведення їх змісту до сучасних вимог технології виробництва високоякісних ректифікованих спиртів, а також вимагає врахування цього факту при розробленні технології переробки ФГЕС на спирт етиловий ректифікований. Зокрема, підвищений вміст компонентів сивушного масла у ФГЕС обумовлює необхідність вдосконалення системи концентрування та виділення сивушного масла в установках для розгонки ФГЕС.

Враховуючи великий досвід розробки та реалізації енергоефективних брагоректифікаційних установок для виробництва спирту ректифікованого, недоліки раніше розроблених і впроваджених ректифікаційних установок для переробки ФГЕС, що були виявлені в процесі їх багаторічної експлуатації, а також суттєві зміни у складі ФГЕС розроблено вдосконалену енергоефективну ректифікаційну установку для переробки ФГЕС на спирт ректифікований з високим ступенем рекуперації вторинного тепла, яка зменшує витрату нагрівальної пари на 40—45% порівняно з існуючими установками.

До складу установки входять колони: розгінна (РозК), відгінна (ВК), епіюраційна (ЕК), ректифікаційна (РК), кінцевої очистки (ККО). РозК, ЕК та ККО працюють під вакуумом, ВК працює за атмосферного тиску, а РК — за тиску, що перевищує атмосферний.

Організація роботи колон установки за різних тисків дає змогу з метою зменшення енергоспоживання забезпечити:

- обігрівання РозК теплом конденсації водно-спиртової пари з ректифікаційної колони;
- обігрівання ЕК та ККО водно-спиртовою парою з відгінної колони;
- рекуперацію тепла різних технологічних потоків для взаємного нагрівання-охолодження.

Ректифікаційна установка, принципову технологічну схему якої наведено на рисунку, працює таким чином: ФГЕС зі збірника, попередньо нагріту вторинним теплом лютерної води, подають на тарілку живлення РозК (1). Для забезпечення оптимальних умов виділення та концентрування домішок спирту етилового, що містяться у ФГЕС, на верхню тарілку РозК (1) подають нагріту пом'якшену воду або конденсат пари. В цю ж колону подають на повторну переробку попередньо нагріті промивні спиртовмісні води з декантатора сивушного масла та барометричних конденсаторів.

Таблиця. Результати досліджень складу ФГЕС різних виробничих підрозділів ДП «Укрспирт»

№ п/п	Найменування показника	Вимоги НД	Вузлівське МПД	Залучанське МПД	Караванське МПД	Ковалівське МПД	Козлівське МПД	Лудьке МПД
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Об'ємна частка етилового спирту, за температури 20°C, %	92,0-95,0	93,38	92,32	93,68	93,65	94,34	89,38
2	Масова концентрація альдегідів, г/дм ³	0,5-35,0	0,319	0,005	0,799	7,01	0,14	0,003
3	Масова концентрація естерів, г/дм ³ :	1,5-30,0	3,28	1,58	4,47	31,99	1,00	2,23
	метилацетат	—	0,081	0,074	0,175	0,733	0,022	0,056
	етилацетат	—	3,10	1,48	4,1	31,23	0,964	2,095
	ізобутиацетат	—	0,005	<0,0005	0,011	0,004	0,002	0,006
	ізоамілацетат	—	0,097	0,021	0,183	0,003	0,006	0,072
	етилбутират	—	<0,0005	<0,0005	<0,0005	0,026	0,004	<0,0005
4	Масова концентрація сивушних масел, г/дм ³ :	0,1-2,0	13,57	0,098	0,832	5,62	0,009	6,88
	2-пропанол	—	0,031	0,007	0,011	0,176	0,002	0,018
	2-бутанол	—	0,001	0,003	<0,0005	0,681	<0,0005	<0,0005
	1-пропанол	—	2,14	0,051	0,359	1,14	0,002	0,723
	ізобутиловий спирт	—	10,76	0,031	0,280	0,907	<0,0005	2,322
	1-бутанол	—	0,003	<0,0005	0,007	0,008	<0,0005	0,039
	ізоаміловий спирт	—	0,632	0,007	0,175	2,71	0,004	3,775
5	Об'ємна частка метилового спирту, %	0,02-1,5	0,131	0,059	0,217	0,084	0,116	0,127
6	Масова концентрація інших домішок, г/дм ³ :	—	—	—	—	—	—	—
	ацетон	—	0,016	0,005	0,005	0,046	0,001	0,005
	2-бутанон	—	0,004	0,003	0,005	0,030	0,002	0,002
	1-гексанол	—	<0,0005	<0,0005	<0,0005	0,001	<0,0005	0,001
	2-фенілетанол	—	<0,0005	<0,0005	<0,0005	0,003	<0,0005	0,002
	кротональдегід	—	<0,0005	0,008	<0,00050	<0,0005	0,001	<0,0005

Примітка: 0,0005 — нижня межа визначення за методом.

Обігрівання РозК (1), яка працює під вакуумом, здійснюють спиртовою парою з РК (9), що працює за надлишкового тиску, через кип'ятильник-рекуператор (2). Конденсат спиртової пари — флегму з цього кип'ятильника, подають на верхню тарілку РК (9). Водно-спиртову пару з верхньої частини РозК (1) конденсують у дефлегматорі (3), утворену флегму повертають на верхню тарілку колони, а частину її — концентрат естеро-сивушний, виводять з процесу і направляють на реалізацію.

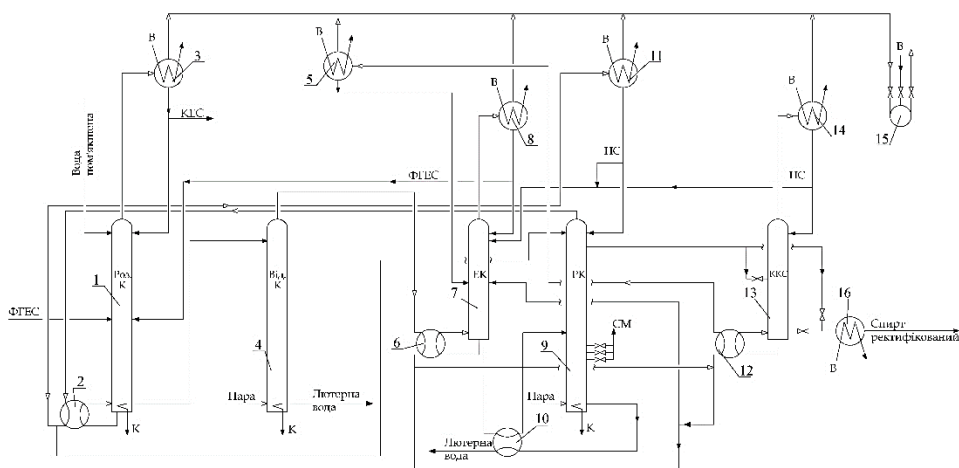


Рис.1 Принципова технологічна схема енергозберігаючої установки для переробки фракції головної етилового спирту

Кубовий погон РозК (1), що являє собою водно-спиртову суміш з концентрацією спирту етилового 8—12% об., очищену від головних і частини проміжних домішок, подають на тарілку живлення ВК (4), яка працює за атмосферного тиску.

ВК (4) обігрівають через кип'ятильник котельною парою. Кубовий залишок ВК (4) — лютерну воду, використовують для нагрівання пом'якшеної води та інших продуктів, після чого відводять в каналізацію і далі на очисні споруди.

Водно-спиртову пару з верхньої частини ВК (4) направляють для конденсації, послідовно, в рекуперативний кип'ятильник (6) ЕК (7) та рекуперативний кип'ятильник (12) ККО (13). Залишки водно-спиртової пари конденсують у дефлегматорі (5) та конденсаторі. Конденсат водно-спиртової пари з рекуперативних кип'ятильників (6 та 12), дефлегматора (5) і конденсатора подають на тарілку живлення ЕК (7).

ЕК (7) працює під вакуумом, який створюють за допомогою вакуум-насоса (15). ЕК (7) обігрівають водно-спиртовою парою з ВК через рекуперативний кип'ятильник (6). Водно-спиртову пару з ЕК (7) послідовно конденсують у дефлегматорі (8) та конденсаторі. Гази, що не конденсуються, за допомогою вакуум-насоса (15) відводять в атмосферу. Утворену флегму з вказаних теплообмінників повертають на верхню тарілку ЕК (7), а частину її — ФГЕС, направляють до РозК (1) на повторну переробку. Для покращення умов виділення головних і проміжних домішок спирту етилового на верхню тарілку ЕК можуть подавати нагріту пом'якшену воду. Епюрат з куба ЕК (7) через підігрівач-рекуператор (10), де його нагрівають теплом лютерної води РК, подають на живлення РК (9).

РК (9) обігрівають котельною парою через кип'ятильник. Водно-спиртову пару з верхньої частини РК (9) направляють послідовно в кип'ятильник (2) РозК (1), дефлегматор (11) і конденсатор. Утворену флегму з кип'ятильника (2), дефлегматора (11) і конденсатора направляють на верхню тарілку РК (9). Лютерну воду з куба РК (9) подають на теплообмінник-рекуператор (10) для нагрівання епюрату і далі відводять на очисні споруди. З нижньої частини РК (9) відбирають фракцію сивушного масла та направляють у систему виділення товарного сивушного масла.

Ректифікований спирт відбирають з верхніх тарілок РК (9) і направляють на тарілку живлення ККО (13). ККО (13) працює під вакуумом, який створюють за допомогою вакуум-насоса (15) через барометричний конденсатор. Обігрівання ККО (13) здійснюють водно-спиртовою парою з ВК (1) через рекуперативний кип'ятильник (12). Водно-спиртову пару з ККО (13) послідовно конденсують у дефлегматорі (14) та конденсаторі. Газ, що не конденсується, за допомогою вакуум-насоса (15) відводять в атмосферу. Утворену флегму повертають на верхню тарілку ККО (13). Спирт ректифікований відбирають з куба ККО (13) і через холодильники спирту (16) відводять у спиртоприймальне відділення.

Витрата нагрівальної пари в розробленій установці складає 40...45 кг/дал, а витрата оборотної води на охолодження — 0,4...0,55 м³/дал спирту ректифікованого, при цьому установка забезпечує вихід спирту етилового ректифікованого «Вищої очистки» до 87,0% від спирту поданого на установку.

Висновки. Проведено моніторинг складу ФГЕС різних спиртових підприємств України. Розроблено технологічний регламент та іншу нормативно-технічну документацію переробки ФГЕС для Воютицького МПД ДП «Укрспирт».

ЛІТЕРАТУРА

1. А.с. 485145 СССР, МКИ С 12 F 1/06. Способ получения ректификованного спирта из фракций спиртового производства/ В. Г. Артюхов, А. Г. Матюша, Г. К. Дроговоз, А. Ф. Халаим, В. Ф. Меркулов. — Оpubл. 25.09.75, Бюл. № 35.
2. Міхненко Г.О. Журавський Від досліджень до технологій / Міхненко Г. О., Кизюн О. С., Міщенко Н. А., Нагурна І. М. // Алкоголь і тютюн. — 2001.— № 3.— С. 30—32.
3. Цыганков П. С. Руководство по ректификации спирта / Цыганков П. С., Цыганков С. П. — М.: Пищепромиздат, 2001. — 400 с.
4. Патент 1806181 Росія, МКИ С12F1/06. Ректификационная установка для извлечения этилового спирта из головной фракции этанола / П. Л. Шиян, П. С. Цыганков; Оpubл. 30.03.1993, Бюл. № 12.
5. Шиян П. Л. Іновачійні технології спиртової промисловості. Теорія і практика: монографія / Шиян П. Л., Сосницький В. В., Олійнічук С. Т. — К.: Видавничий дім «Асканія», 2009. — 424 с.
6. Фракція головна етилового спирту. Технічні умови: ДСТУ 7402:2013. — [Чинний від 2014-07-01]. — К.: ДП «УкрНДНЦ», 2013. — 23 с. — (Національний стандарт України).
7. Фракція головна етилового спирту. Технічні умови: ТУ У 18-401-97 (Зміна № 3). — [Чинні від 1991-04-08]. — К.: ДНУ «УкрНДІспиртбіопрод», 1991. — 23 с.
8. Горілки, спирт етиловий та водно-спиртові розчини. Газохроматографічний метод визначання вмісту мікро компонентів: ДСТУ 4222:2003. — [Чинний від 2004-10-01]. — К.: Держспоживстандарт України, 2004. — 12 с. — (Національний стандарт України).
9. Спирт етиловий, горілки, напої лікєро-горілчані. Газохроматографічний метод визначання справжності: ДСТУ 4646:2006. — [Чинний від 2007-07-01]. — К.: Держспоживстандарт України, 2007. — 19 с. — (Національний стандарт України).

ЭНЕРГОЭФФЕКТИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ ФРАКЦИИ ГОЛОВНОЙ ЭТИЛОВОГО СПИРТА С ПОЛУЧЕНИЕМ СПИРТА ЭТИЛОВОГО РЕКТИФИЦИРОВАННОГО

А. С. Мищенко, Г. А. Кизюн, А. А. Можаровская

ГНУ «УкрНДІспиртбіопрод»

С. И. Олейник

Национальный университет пищевых технологий

Проведено исследование состава фракции головной этилового спирта (ФГЭС) раз-

личных спиртовых предприятий по физико-химическим показателям с применением стандартных газохроматографических методик согласно ДСТУ 4222:2003 и ДСТУ 4646:2006. Анализ полученных результатов проводили с использованием экспериментальных и математико-статистических методов планирования и обработки результатов эксперимента, их систематизацию и обработку — с применением современного программного обеспечения.

Предложенная конфигурация установки отличается простотой в управлении и надежностью в эксплуатации, что позволяет полностью автоматизировать процесс переработки ФГЭС. Разработанную установку обеспечено технологическим регламентом, другой нормативно-технической документацией и необходимым инжиниринговым сопровождением при ее реализации. Данная технология полностью готова к внедрению и может быть реализована как в спиртовой отрасли Украины, так и в других странах.

Ключевые слова: спирт этиловый ректифицированный, фракция головная этилового спирта, высшие спирты, ректификационная установка, энергоэффективная технология переработки, рекуперация вторичного тепла.