

УДК 663.551

Ю.В. БУЛІЙ,  
П.Л. ШИЯН

Національний університет харчових технологій

П.А. ДМИТРУК, А.І. МАЛИГІН

ТОВ «Техінсервіс-процес»

## ТЕХНОЛОГІЯ РЕКТИФІКАЦІЇ В РЕЖИМІ КЕРОВАНИХ ЦИКЛІВ

Запропонована технологія ректифікації в режимі керованих циклів затримки рідини на тарілках та синхронного її переливу з тарілки на тарілку по всій висоті колонного апарата за заданим алгоритмом при безперервній подачі в апарат пари та рідини. Впровадження інноваційної технології у виробництво дозволяє підвищити ефективність міжфазового контакту і знизити витрати гріючої пари на процес ректифікації на 40 %.

**Ключові слова:** керовані цикли, ректифікація, фазова рівновага, масообмін, переливні пристрої, ректифікаційна колона.

Технічний прогрес в спиртовій промисловості нерозривно пов'язаний з розробкою та впровадженням високоефективних колонних апаратів та енергозберігаючих способів масообміну в процесі брагоректифікації. В умовах

виробництва для розділення багатокомпонентних сумішей, як правило, застосовують тарілчасті контактні пристрої, за допомогою яких відбувається ступінчастий контакт фаз по висоті колони. Тарілки ректифікаційних колон виготовляють різної конструкції: із зливними пристроями (ковпачкові, ситчасті, клапанні, однонаправлені), без зливних пристроїв або провальні (ситчасті, гратчасті, трубчасті, клапанні), інжекційні, насадкові, плівкові, розпилювальні та пристрої із зовнішнім підведенням енергії. Коефіцієнт корисної дії (ККД) тарілок залежить від їх конструкції, діаметра та вільного перерізу колони, її навантаження, міжтарілкової відстані, швидкості пари, фізичних властивостей суміші, що підлягає розділенню тощо. ККД визначають дослідами шляхом. Для більшості тарілок він дорівнює 0,4...0,6 [1]. За останні десятиліття запропоновано значну кількість нових контактних пристроїв, особливості яких ще недостатньо досліджені: наприклад, клапанні тарілки EDV. Зусилля дослідників направлені на вдосконалення конструкції пристроїв для забезпечення найбільш інтенсивного контакту пари й рідини, ефективність якого визначають за ступенем досягнення фазової рівноваги. Практично на реальних тарілках така рівновага майже ніколи не досягається. Однією з вагомих причин цього є незначний проміжок часу перебування контактуючих фаз на тарілці. Очевидно, існує межа, нижче якої час контакту рідини та пари недостатній для досягнення фазової рівноваги. Тривалість циклів визначають експериментально, оскільки час контакту фаз у кожному окремому випадку залежить від якісного складу потоків живлення та конструктивних особливостей контактних пристроїв. Для забезпечення максимально можливого ККД самої простої за конструкцією тарілки (наприклад, ситчастої) необхідним є створення умов, при яких відбувається визначена у часі примусова затримка рідини на тарілці на термін, необхідний для повного насичення пари легколеткими компонентами рідини, а рідини — важколеткими компонентами пари. Впровадження технології ректифікації з керованими циклами затримки рідини на тарілках та її переливу по тарілках колонних апаратів дозволяє наблизити ефективність кожної реальної тарілки до ефективності теоретичної. При цьому в значній мірі знижуються витрати гріючої пари на процес ректифікації, скорочуються об'єми спиртовмісних відходів виробництва, зменшується собівартість обладнання.

Перші вітчизняні колонні апарати з контрольованими циклами ректифікації були запропоновані співробітниками КТІХП під керівництвом професора В.М. Тарана у 80-х роках

© Ю.В. Булій, П.Л. Шиян, А.П. Дмитрук, А.І. Малигін, 2012

[2, 3, 4]. Дія апаратів дозволяла забезпечити роздільний рух фаз по колоні, інтенсифікувати процес масообміну за рахунок одноразової зміни рідинної затримки на тарілках, підвищити ефективність роботи контактних пристроїв в період подачі пари і зменшити витрати гріючої пари на процес. Основними недоліками запропонованого способу ректифікації були періодичність подачі пари та рідини, відсутність масообміну в період надходження рідини на тарілку або її переливу, низька пропускна здатність пари та рідини. Колонні апарати циклічної ректифікації не знайшли промислового використання.

У 2003 р. співробітники ТОВ «Техінсервіс-процес» запропонували технологію ректифікації, що відбувається в режимі керованих циклів затримки рідини на тарілках ректифікаційної колони, оснащеної масообмінними контактними пристроями, дія яких залежить від тиску гріючої пари [5, 6]. Інноваційна технологія передбачає періодичну подачу гріючої пари та рідини у колонний апарат. При цьому перелив рідини з тарілки на тарілку відбувається через перехідну ємкість в момент припинення подачі пари.

Виробничі випробування технології проводились в умовах ДП «Ковалівський спиртовий завод». Для досліджень була виготовлена і змонтована експериментальна бражна колона діаметром 325 мм. Колона мала 10 тарілок, відстань між якими дорівнювала 600 мм; вільний переріз тарілки становив 7 %. Гріюча пара подавалась в кубову частину колони періодично з затримками 3 – 4 с. Випробування проводились на зерновій бражці з концентрацією спирту 8,0 % об. Встановлено, що перегонка бражки в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини в повній мірі забезпечувала вилучення етилового спирту та супутніх йому органічних домішок при нормативних втратах спирту з бардою і питомій розрахунковій витраті гріючої пари 24 – 26 кг/дал спирту. Навантаження по бражці становило 20 – 21 м<sup>3</sup>/м<sup>2\*</sup> год. В процесі досліджень були виявлені недоліки, які суттєво впливали на ефективність міжфазового контакту: відсутність масообміну в період переливу рідини з тарілки на тарілку, залежність роботи переливних пристроїв від тиску пари, низьке питома навантаження по бражці.

Подальші дослідження проводились з метою визначення ефективності технології керованої ректифікації в процесі розгонки головної фракції етилового спирту (ГФ). В схему брагоректифікації ДП «Липницький спиртовий завод» була включена розгінна колона (РК), яка працювала в режимі роздільного руху фаз. Колона діаметром 400 мм була оснащена 15 тарілками: 9 у відгінній частині і 6 у концентраційній. Відстань між тарілками становила 500 мм. Нижні частини контактних пристроїв були закріплені до проміжної перегородки, розташованої на відстані 250 мм від кожної тарілки, і слугували перехідними ємкостями для переливу рідини з тарілки на тарілку. Періодичність подачі пари та регулювання її витрат забезпечувались позиційним та аналоговим клапанами, установленими на трубопроводі подачі пари. ГФ подавали на 9-ту тарілку РК. Її витрати становили 10 % від спирту, що надходив з бражкою. Вода на гідроселекцію подавалась на 15 та 12-ту тарілки. Видима концентрація етилового спирту в кубовій рідині становила 10 % об., в утвореному естеро-сивушному концентраті (КЕС) — 95 % об. Температура в парі над верхньою тарілкою дорівнювала 80 °С, кубової рідини — 94 °С. Тиск в кубовій частині колони коливався в межах 10,8 – 11,8 кПа. Час одного робочого циклу дорівнював 80 с., час перетоку рідини 10 с., час затримки рідини на тарілках 30 с. КЕС відбирався з конденсатору РК в кількості 0,5 % від кількості спирту. Контроль технологічних параметрів здійснювався за допомогою приладів автоматики. Для визначення ефективності вилучення та кратності концентрування органічних домішок проводився хроматографічний аналіз дослідних проб ГФ, КЕС, кубової водно-спиртової рідини РК та епюрату, який відбирався з нижньої частини епюраційної колони. Результати їх аналізу приведені в таблиці. Із даних таблиці видно, що в процесі розгонки ГФ найбільшу кратність концентрування мали головні домішки — естери та альдегіди. Метиловий спирт вилучався частково, більша частина вищих спиртів сивушного масла не видалася і поверталася у повторний цикл брагоректифікації, що призводило до їх накопичення в системі.

Витрати гріючої пари на процес розгонки ГФ в режимі керованих циклів ректифікації не перевищували 11 – 13 кг/дал а.а., що вводився в колону. В останні роки енергозберігаюча технологія ректифікації була впроваджена на Червонослобідському, Залозецькому і Косарському спиртових заводах з метою вилучення етилового спирту із побічних продуктів та спиртовмісних напівпродуктів брагоректифікації. Її використання дозволило збільшити вихід ректифікованого етилового спирту з 94...96 до 98...98,5 % від спирту, введеного з бражкою, понизити витрати

гріючої пари на розділення багатоконпонентної суміші на 40 %. Разом з тим експериментально доведено, що в процесі циклічної екстрактивної ректифікації не відбувається ефективного звільнення кубової рідини від проміжних та кінцевих домішок спирту. Для забезпечення відповідної якості товарної продукції необхідно збільшувати відбір КЕС до 1,0...1,1 %. Крім того залежність роботи переливних пристроїв від тиску пари, наявність перехідних ємкостей і велика міжтарілкова відстань обмежують колону по висоті та зменшують її пропускну здатність по парі та рідині. Періодичний спосіб подачі гріючої пари приводить до виникнення імпульсу запізнення підняття клапанів по висоті колони, коливання тиску в загальному колекторі пари, що негативно впливає на роботу основних колон.

#### Розподілення груп легких домішок та кратність їх концентрування в процесі розгонки ГФ

Назва домішки	Концентрація домішок, мг/дм <sup>3</sup>				Кратність концентрування домішок
	ГФ	КЕС	Кубова рідина	Епюрат	
альдегіди	1200	6500	0,4	1,0	5,4
естери	6000	37000	3,0	8,0	6,2
метанол, % об.	0,13	0,4	0,004	0,008	3,1
сивушне масло	3300	300	500	30000	0,09

Метою подальших досліджень було вдосконалення технології ректифікації, що відбувається в режимі керованих циклів затримки та переливу рідини при безперервній подачі потоків живлення та гріючої пари в колону, підвищення ефективності міжфазового контакту в період затримки та переливу рідини.

Для вирішення поставленої задачі нами була запропонована технологія ректифікації, яка передбачає проведення керованих циклів за рахунок додатково встановлених в тарілчастому апараті рухомих клапанів, зв'язаних з приводними механізмами, дія яких відбувається за заданим алгоритмом відповідно до програми контролера і не залежить від режиму подачі гріючої пари та її тиску [7]. Тривалість циклів визначають експериментально залежно від ступеню досягнення фазової рівноваги.

На рис. 1 продемонстровано один із можливих варіантів здійснення запропонованої технології: а) — фрагмент ректифікаційної колони у розрізі у період затримки рідини на непарних за порядком розташування тарілках; б) — фрагмент колони у розрізі у період синхронного переливу рідини з непарних тарілок на нижче розташовані парні тарілочки; в) — фрагмент колони у розрізі у період синхронного переливу рідини з парних тарілок на непарні.

Ректифікаційна колона містить корпус 1, парні за порядком розташування тарілочки 2 та непарні тарілочки 3. Відрахування порядку розташування тарілок ведеться від самої верхньої тарілочки, на яку подається рідина. Тарілочки оснащені барботажними елементами 10, які забезпечують масообмін між парою та рідиною. Такими елементами можуть слугувати, наприклад, ковпачки, клапани або інші контактні пристрої будь-якої відомої конструкції. В корпусі колони розміщені переливні пристрої 4 і 5, основними складовими яких є рухомі елементи 6 і 7, що зв'язані з відповідними приводними механізмами 8 і 9. Приводні механізми забезпечують рух елементів 6 і 7 відповідно до заданої програми контролера таким чином, що перелив рідини відбувається синхронно по всій висоті колони тільки з усіх непарних або тільки з усіх парних тарілок на нижче розташовані тарілочки.

У початковий період роботи колони рідину подають на верхню її тарілочку, а гріючу пару в кубову її частину. Рухомі елементи 6 і 7 переливних пристроїв 4 і 5 знаходяться у положенні, при якому перелив рідини відсутній (рис. 1 а). При цьому на непарних тарілках 3 відбувається визначена у часі затримка рідини.

На першому етапі переливу завдяки приводному механізму 8 рухомі елементи 6 займають положення, при яких рідина переливається з непарних тарілок 3 на нижче розташовані парні тарілочки 2 (рис. 1 б). Після затримки рідини на парних тарілках приводний механізм 8 повертає рухомі елементи 6 у початкове їх положення, і перелив рідини з тарілки на тарілочку припиняється. На другому етапі за допомогою приводного механізму 9 рухомі елементи 7 займають положення, при яких рідина переливається з кожної парної тарілки 2 на кожну нижче розташовану непарну тарілочку 3 (рис. 1 в). Через заданий період часу приводний механізм 9 повертає рухомі елементи

7 в початковій їх положення, і перелив рідини припиняється. Рідина з останньої за порядком розташування тарілки виливається в об'єм колонного апарату на першому або другому етапі переливу рідини в залежності від того, парною чи непарною є остання тарілка. Далі наведені етапи повторюються по чергово. Заданий час затримки та час переливу рідини підтримуються контролером. Переливні пристрої можуть бути різної конструкції, наприклад, шибєрні заслінки, конічні клапани та інші, які використовують для регулювання потоків рідини; головне — щоб вони забезпечували перелив рідини за заданим алгоритмом.

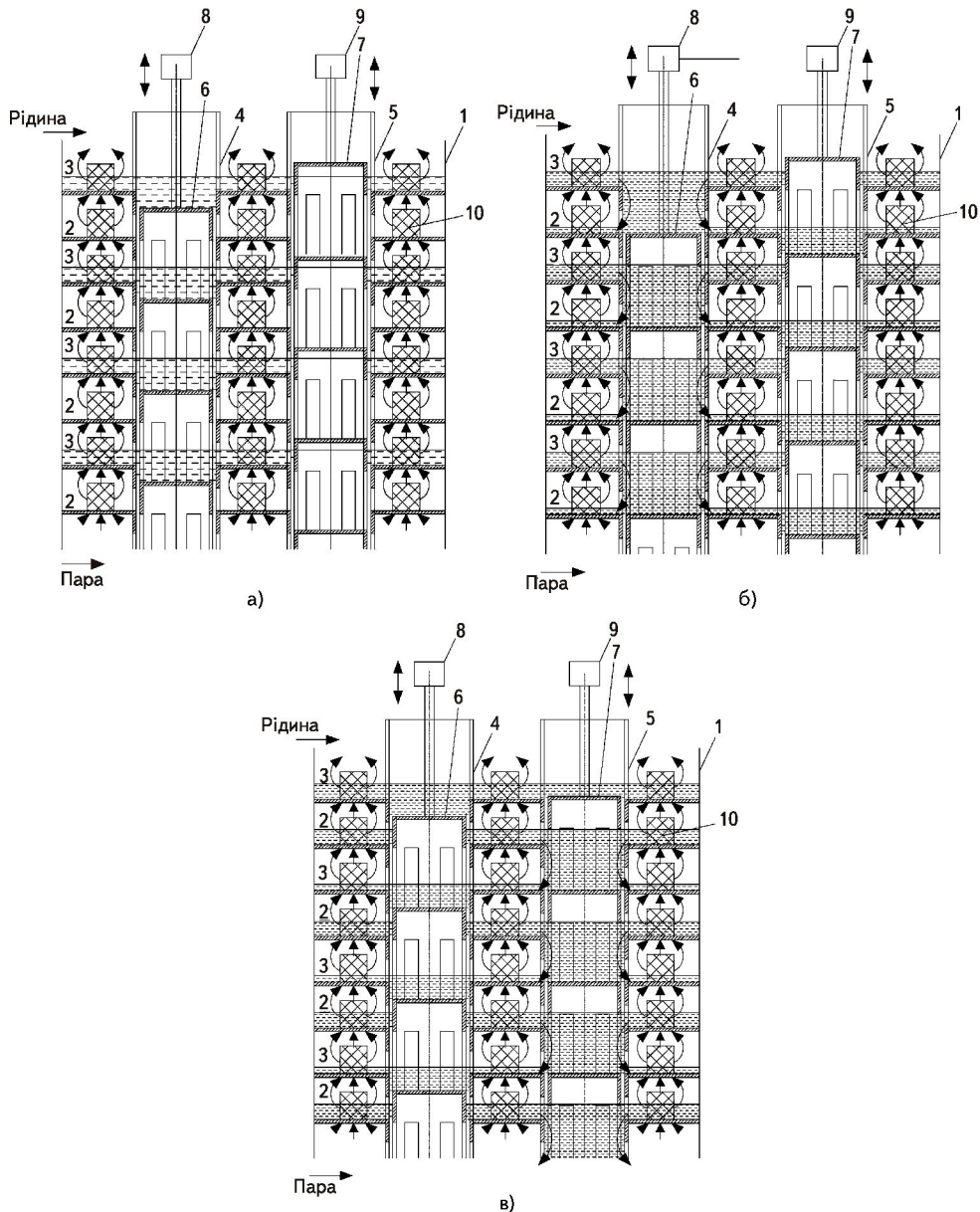


Рис. 1. Фрагмент ректифікаційної колони у розрізі у період здійснення керованих циклів затримки та переливу рідини

**Висновки.** Запропонована технологія ректифікації, яка відбувається в режимі керування циклів затримки та переливу рідини за рахунок додатково встановлених рухомих клапанів, зв'язаних з приводними механізмами, дія яких відбувається за заданим алгоритмом при безперервній подачі пари та рідини. Тривалість циклів визначають експериментально. Інноваційна технологія дозволяє забезпечити ефективний міжфазовий контакт в період затримки та переливу рідини, підвищити ККД самої простої за конструкцією тарілки (наприклад, ситчастої) і знизити витрати гріючої пари на процес масообміну між рідиною та парою на 40 %.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. *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. — 496 с.
2. *А.с. № 185847* (СССР). Массообменный аппарат для процес сов в режиме с контролируемыми циклами / А.В. Копыленко и В.М. Таран. — Оpubл. в Б.И., 1983, № 44.
3. *А.с. № 1360753* (СССР). Тепломассообменный аппарат / А.В.Копыленко, В.М. Таран и В.А. Заднепрный. — Оpubл. в Б.И., 1988, № 20.
4. *А.с. № 292342* (СССР). Тепломассообменный аппарат / А.В. Копыленко, В.М. Таран и В.А. Заднепрный. — Оpubл. в Б.И., 1987, № 47.
5. *Патент України 60565 А.* Спосіб перетікання рідини на тарілках колонних масообмінних апаратів / Малета В.М., Щуцький І.В., Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б. — Заявлено 10.12.02; Оpubл. 15.10.03, Бюл. № 10.
6. *Патент України 60566 А.* Массообмінний контактний пристрій / Малета В.М., Щуцький І.В., Дмитрук А.П., Черняхівський Й.Б. — Заявлено 10.12.02; Оpubл. 15.10.03, Бюл. № 10.
7. *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. — Заявлено 06.06.08; Оpubл. 10.03.10, Бюл. № 5.

Предложена технология ректификации в режиме управляемых циклов задержки жидкости на тарелках и синхронного ее перелива с тарелки на тарелку по всей высоте колонного аппарата за заданным алгоритмом при непрерывной подаче в аппарат пара и жидкости. Внедрение инновационной технологии в производство позволяет повысить эффективность межфазового контакта и сократить расход греющего пара на процесс ректификации на 40 %.

**Ключевые слова:** управляемые циклы, ректификация, фазовое равновесие, массообмен, переливные устройства, ректификационная колонна.

**Y.V. Buliy, P.L. Shiyan, A.P. Dmitruk, A.I. Malygin**

#### **Technology of rectification is in the mode of the guided cycles**

Work of the known columnar vehicles is analysed with the controlled cycles of rectification. The brought results over of productive tests of technology of the guided rectification that envisages flowing of liquid from a dish on a dish through a transitional capacity at the change of pressure of steam stream. Indicated advantages and lacks of technology. More perfect technology of rectification is offered in the mode of the guided delay of liquid on piattis and her synchronous flowing loops from a dish on a dish on all height of column due to the additionally set movable valves, related to the drive mechanisms the action of that takes place after the set algorithm in accordance with the program of inspector. Time of stay of phases is on a dish, necessary for the complete satiation of pair the easily volatile components of liquid, and liquids — by the difficult volatile components of pair, it is determined experimentally. Introduction of innovative technology in an alcoholic production allows to promote efficiency of line-to-line contact and decrease expenses warming pair on the process of rectification on 40 %. One of possible variants is schematically shown her realizayion.

**Key words:** guided cycles, rectification, phase equilibrium, mass transfer, flowing devices, column of rectification.

*Одержана редколегією 22.05.2012 р.*