

ОБ ОСОБЕННОСТЯХ РАБОТЫ БРАЖНЫХ КОЛОНН С РАЗЛИЧНЫМИ КОНТАКТНЫМИ УСТРОЙСТВАМИ И ОБ ИХ ВЛИЯНИИ НА КАЧЕСТВО РЕКТИФИКОВАННОГО СПИРТА

В. К. ЗАРЕМБА*—Р. ЛАСТИТЬ

Кафедра биохимии и пищевой технологии,
Будапештский технический университет

Поступила: 16 декабря 1981

1. Основные направления улучшения качества ректификованного спирта

Получить равноценный по качеству спирт при существующих видах и способах переработки сырья по единой технологической схеме ректификации и в условиях непрерывно-изменяющегося состава бражки, поступающей на аппарат, не представляется возможным.

Повышение качества спирта требует дальнейшего развития теоретической базы совершенствования процесса ректификации и его управлением на практике.

У многих исследователей [1, 2] сложилось определенное мнение, что качество ректификованного спирта является функцией полноты освобождения его от сопутствующих примесей. В то же время совершенно игнорируется то положение, что основным потребителем спирта является ликеро-водочная промышленность и виноделие. Если для виноделия может быть и приемлем указанный критерий качества, то в части производства водочных изделий — бесспорно нет.

Возникает резонный вопрос, по какому пути следует идти дальше — либо в направлении более полного извлечения из него сопутствующих летучих примесей, что связано с дополнительными затратами [3], либо по пути определения допустимого состава и предела содержания примесей, свойственных высококачественному спирту.

Ряд исследователей [4, 5] утверждают, что этиловый спирт, не содержащий примесей, не будет отвечать требованиям, предъявляемым к пищевому спирту, так как он будет обладать резким запахом и палящим вкусом. Более того, они констатируют, что примеси, свойственные пищевому спирту, выделяются в процессе ректификации более интенсивно, чем примеси, ухудшающие его качество. Поэтому повышение степени очистки спирта от примесей может привести не к улучшению, а наоборот, к ухудшению его органолептических показателей при удовлетворении требованиям стандартов.

Яровенко В. Л. Богданов Ю. П. [6] ставят задачу получения химически чистого этилового спирта с тем, чтобы потом при производстве сортовых во-

док дозировать к нему по вкусу и аромату соответствующие фракции ранее отобранных эфиров. Рекомендуемый способ позволяет программировать и управлять дегустационными свойствами водок при их новом, весьма широком ассортименте и высоком качестве. Идея хороша, однако её реализация в условиях нынешнего аппаратурного решения процесса ректификации не представляется возможной.

Таким образом, возникает необходимость в решении проблемы влияния допустимого комплекса примесей на вкусовые достоинства спирта.

Результаты химических и газохроматографических исследований примесей, сопутствующих спирту, показали, что высокая его дегустационная оценка обуславливается не низким содержанием или отсутствием примесей, а гармоничным их сочетанием, которые дают положительное ощущение вкуса и запаха. Полное выделение отдельных компонентов из этой гаммы примесей может нарушить гармонию и снизить органолептические показатели спирта. Именно в этой связи нами и была сформулирована задача получения спирта заданного качества. И, как в последствии было установлено, начальным и наиболее важным моментом решения её стал процесс брагоперегонки.

2. Совершенствование аппаратурного оформления брагоперегонки, как фактор улучшения качества спирта

На протяжении многих десятилетий со времени появления брагоректификационных установок, с целью улучшения качества вырабатываемого спирта изучались, в основном, процессы, протекающие в элюционной колонне и ректификационной, и почти не проводились работы по изучению процессов, проходящих в бражной колонне.

Результаты исследований последних лет [1, 3, 4, 6] показали, что бражная колонна является основной, формирующей состав летучих соединений готового продукта. В ней наряду с извлечением летучих веществ из бражки, происходит процесс образования новых летучих веществ, который прямо пропорционален температуре и времени.

Характеризуя мировой технический уровень перегонки, следует отметить, что за последнее десятилетие не найдено способов существенного уменьшения летучих примесей. Интенсивная разработка незначительных мероприятий как по совершенствованию аппаратуры, так и различных методов перегонки и ректификации не дает значительных органолептических улучшений. Всё это позволяет сделать заключение об ограниченности технологических приёмов дальнейшего повышения качества спирта. Для решения этой проблемы необходимы существенные конструктивные изменения колонн, обеспечивающие течение процессов перегонки и ректификации при новых режимах.

Стремление к интенсификации процесса брагоперегонки привело к созданию новых конструкций контактных элементов с прямоточным взаимо-

действием фаз в зоне контакта, что позволило значительно повысить скорость пара в свободном сечении колонн.

Прямоток обеспечил интенсивную турбулизацию паро-жидкостной смеси, вызвал увеличение межфазной поверхности и её непрерывную деформацию, обусловил равномерную работу тарелки по всей её плоскости.

Все эти заключения позволили сделать как стендовые, так и промышленные испытания в СССР опытных колонн с чешуйчатыми тарелками в условиях целого ряда заводов спиртовой, гидролизной и микробиологической промышленности.

Проведенные эксперименты трассирования потока установили, что среднее время пребывания бражки в колонне с чешуйчатыми тарелками в 2—3 раза меньше, чем в колоннах с ситчатыми и колпачковыми тарелками. Это обстоятельство обеспечивает существенное уменьшение новообразований примесей в процессе перегонки и способствует получению бражного дистиллята с весьма незначительным содержанием эфиров и альдегидов.

Наиболее ёмкие исследования проведены на брагоректификационной установке Барского спирто-дрожжевого комбината, в схему которой параллельно ситчатой бражной колонне (колонна № 1) была подключена опытно-экспериментальная с чешуйчатыми тарелками (колонна № 2).

Оба объекта исследования были оснащены специальными кранами, с шагом в две тарелки, для отбора проб спиртопродуктов, как в жидкой, так и в паровой фазах. Проботборные краны были установлены также на всех продуктовых коммуникациях колонн. Схемы технологического контроля и автоматизации колонн идентичны и состояли из следующих локальных контуров:

- стабилизация расхода греющего пара до давления в кубе колонны;
- стабилизация расхода бражки по температуре на 24-ой тарелке;
- стабилизация расхода охлаждающей воды по температуре воды, отходящей из конденсатора.

3. Изучение работы бражных колонн

Исследования качественного и количественного составов бражки, изучение поведения её в процессе перегонки представляло и представляет несомненный интерес — это магистральный путь к существенному повышению качества спирта, снижению энергетических затрат. Однако отсутствие объективного метода анализа и, как результат, неоправданные допущения в расчетах приводят многих исследователей к малофакторным экспериментам, не отражающим истинную картину динамики легколетучих примесей, сопутствующих спирту в бражных колоннах и не определяющим зоны газохроматографического анализа продуктов и полупродуктов ректификации применимы лишь для чистых растворов (отгонов), не имеющих окраски и неограниченных

примесей. Поэтому в основу всех литературных данных по определению качественных и количественных составов бражки, барды и спиртопродуктов с тарелок бражных колонн положен принцип предварительного отгона пробы, который существеннейшим образом влиял на объективность последующего газохроматографического анализа. Этим объясняется и незначительное количество исследований, проведенных в этом направлении, а первые попытки изучения влияния сырья на качество спирта не принесли желаемых результатов. Приводимые в литературе [1, 4, 5] данные газохроматографических анализов бражки наиболее трудносравнимы и недостоверны, а причиной этому является лабораторная перегонка исследуемой пробы, в процессе которой уже происходит целый ряд химических реакций (этерификации, окислительные и др.), не говоря уже о технологических и аппаратурных различиях в процессе эксперимента. Решение настоящей проблемы стало возможно лишь при усовершенствовании нами известного и разработанного нового инструментального, достаточно объективного и прямого метода анализа этих продуктов [7].

Все исследования проводились в условиях устойчивой работы бражных колонн. Устойчивость определялась путём наблюдения за состоянием основных параметров процесса во времени без корректирующего воздействия на них со стороны обслуживающего персонала. Исследуемые образцы бражки, барды и спиртопродуктов бражных колонн подвергали аналитическим анализам по стандартным методикам, а с целью повышения точности и воспроизводимости данных была использована усовершенствованная нами методика газохроматографического анализа. Она и позволила объективно установить качественные и количественные показатели исследуемых продуктов, представленные в табл. 3.1.

В исследуемой бражке Барского спирто-дрожжевого комбината в числе основных побочных продуктов находились в значительных количествах изоамиловый спирт — 0,0063 . . . 0,017% вес., изобутиловый спирт — 0,009 . . . 0,056% вес., изопропиловый спирт — 0,0093 . . . 0,028% вес., уксусный альдегид — 0,0006 . . . 0,0214% вес. Среди других побочных продуктов определены группы эфиров, альдегидов. В табл. 1. представлены данные анализов зрелых бражек всех проведенных опытов. В процессе брожения образовывалось также 0,014 . . . 0,064% вес. уксусной кислоты, 0,009 . . . 0,015% вес. пропионовой кислоты, 0,008% вес. масляной и до 0,0104% вес. изомасляной кислоты. Некоторые авторы (1,5) указывают на содержание среди побочных продуктов заметных количеств янтарной, молочной, пировиноградной кислот, возникающих в результате углеводного обмена. Однако, установить их присутствие нам не удалось из-за их высоких температур кипения, соответственно 255,18 и 165°C.

Образующиеся при перегонке бражки легколетучие соединения играют большую роль в последующих процессах брагоректификации и, что осо-

Таблица 1

Продукт Компонент, % вес	Бражка ¹	Барда	
		колонна № 1	колонна № 2
<i>Альдегиды</i>			
Уксусный	0,0214 ÷ 0,0006	0,00015	—
Пропионовый	0,0008 ÷ 0,0001	—	—
Изомасляный	0,003 ÷ 0,0001	—	—
Масляный	0,0025 ÷ 0,0004	—	—
Неидентифицирован	0,0002 ÷ следы	—	—
<i>Кетоны</i>			
Ацетон	0,001 ÷ 0,0007		
<i>Эфиры</i>			
Диэтиловый	0,0003 ÷ 0,0001	—	—
Уксуснометиловый	0,0090 ÷ 0,0003	—	—
Уксусноэтиловый	0,035 ÷ 0,004	0,0001	нет
Пропионовэтиловый	0,007 ÷ 0,0006	—	—
Масляноэтиловый	0,0008 ÷ следы	—	—
Неидентифицирован	0,0003 ÷ следы	—	—
<i>Спирты</i>			
Изопропиловый	следы ÷ нет	нет	нет
<i>n</i> -Пропиловый	0,028 ÷ 0,0093	0,0004 ÷ следы	0,0001 ÷ следы
Изобутиловый	0,056 ÷ 0,009	0,0006 ÷ 0,004	0,00023 ÷ следы
Бутиловый	0,0008 ÷ следы	нет	нет
Изоамиловый	0,017 ÷ 0,0063	0,0001 ÷ следы	0,0001 ÷ следы
Амиловый	0,0095 ÷ 0,0007	0,0006 ÷ 0,0001	0,0003 ÷ следы
<i>Кислоты</i>			
Уксусная	0,064 ÷ 0,014	1,073 ÷ 0,924	4,45 ÷ 2,247
Пропионовая	0,015 ÷ 0,0009	1,062 ÷ 0,92	3,35 ÷ 2,36
Масляная	0,008 ÷ 0,0001	1,04 ÷ 0,91	0,743 ÷ 1,005
Изомасляная	0,0104 ÷ 0,0001	2,643 ÷ 0,275	3,444 ÷ 0,341

бенно важно, в оформлении аромата и вкуса спирта-ректификата. В связи с эти исследование процессов образования примесей, динамики их движения приобретает решающее значение как для совершенствования конструкций контактных устройств бражных колонн, так и для оптимизации режимов перегонки.

Положив в основу результаты исследований о влиянии примесей спирта на их дегустационную оценку, мы из многообразия их выделили так незывае-

мую определяющую группу, т. е. группу примесей определяемую стандартом, в количественном отношении преобладающую, и наиболее отрицательно влияющую на вкус и аромат спирта-ректификата в наименьших концентрациях. В неё включены:

- группа альдегидов, кетонов: уксусный, пропионовый, масляный, изомасляный, ацетон;
- группа эфиров: диэтиловый, уксусноэтиловый, уксуснометиловый, пропионовэтиловый, пропионометиловый, масляноэтиловый;
- группа высших спиртов: *n*-пропиловый, изобутиловый, изоамиловый;
- группа кислот: уксусная, пропионовая, масляная, изомасляная.

В результате газохроматографического исследования динамики примесей по высотам исследуемых бражных колонн установлено, что порядок распределения их концентраций в пробах неодинаков и в значительной мере зависит от величин расходов пара на колонны и качества бражки. Что же касается качественных составов проб можно утверждать, что они практически не зависят от этих параметров, и, в процессе экспериментов, за небольшим исключением, оставались постоянными.

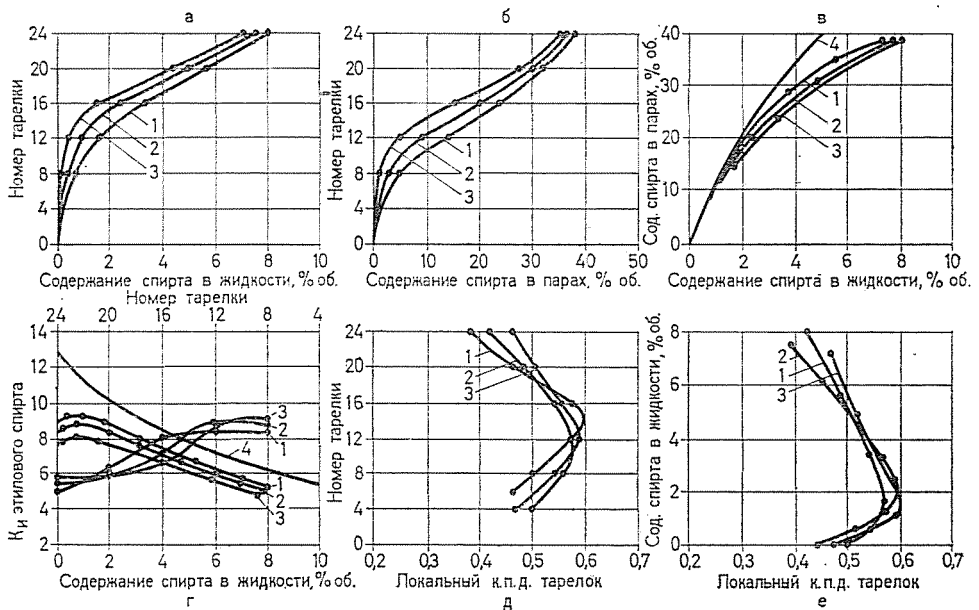


Рис. 1. Распределение концентраций спирта в жидкой и паровой фазах тарелок, изменение коэффициентов испарения и локальных к. п. д. колонны № 1 при перегонке бражки в диапазоне исследуемых режимов; 4 — кривая фазового равновесия и коэффициентов испарения этилового спирта

Результаты исследований работы колонн с различными контактными устройствами представлены на рис. 1, 2.

Динамика изменения локальных к. п. д. тарелок колонны с ситчатыми тарелками устанавливает область максимальных значений (0,57... 0,59) в

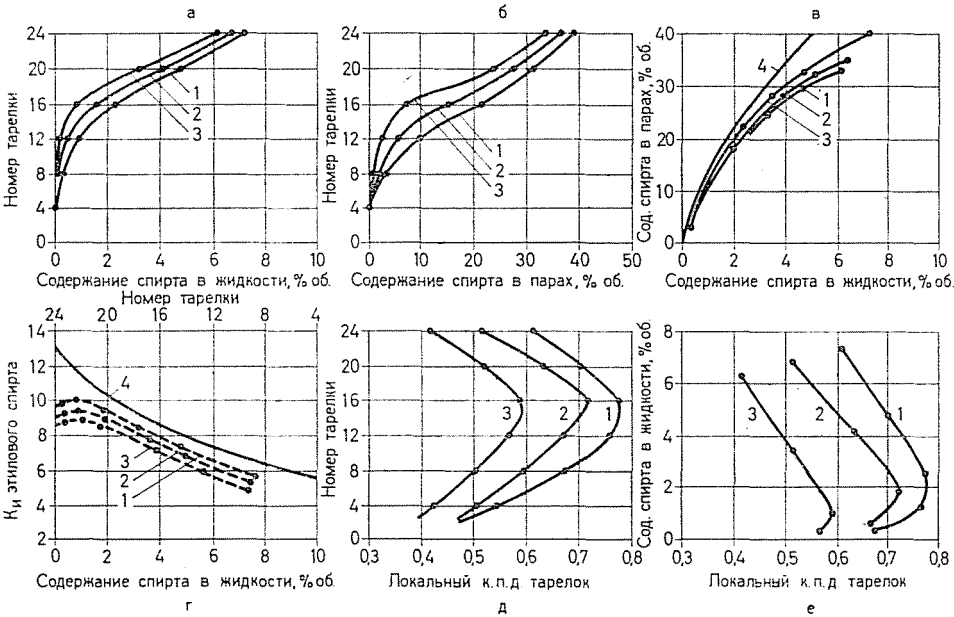


Рис. 2. Распределение концентраций спирта в жидкой и паровой фазах тарелок, изменение коэффициентов испарения и локальных к. п. д. тарелок колонны № 2 при перегонке бражек в диапазоне исследуемых режимов; 4 — кривая фазового равновесия и коэффициентов испарения этилового спирта

зоне 10—14 тар. при содержании спирта в жидкости 1,1—2,03% об., а для колонны с чешуйчатыми тарелками — (0,74... 0,79) в зоне 14—17 тар. при содержании спирта в жидкости 1,4—2,2% об.

Получены кривые группового распределения исследуемых примесей в жидкой и паровой фазах (рис. 3), определена степень их извлечения, а для выбора наиболее эффективного режима процесса перегонки с учетом качественных и количественных показателей бражного дистиллята проведено исследование движения каждой из определяющей группы примеси в диапазоне выбранных режимов.

Полученные данные о составах спиртовых жидкостей и пара в бражных колонных были использованы для расчета эффективности колонн в целом и их контактных устройств. Установлено, что в рекомендуемых режимах

к. п. д. колонны с ситчатыми тарелками составляет 0,42, а для колонны с чешуйчатыми — 0,71. Экспериментальные материалы определения диапазонов работоспособности чешуйчатых контактных устройств позволили определить область устойчивых режимов работы тарелки, которая наблюдается

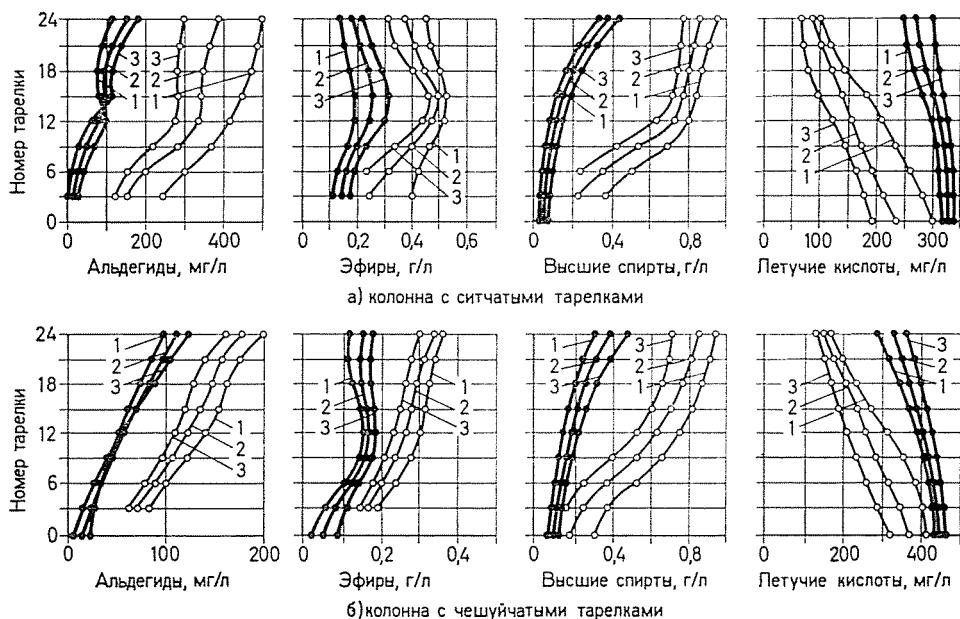


Рис. 3. Распределение концентрации основных групп примесей в жидкой (—●—) и паровой (—○—) фазах тарелок исследуемых колонн при перегонке бражек в диапазоне исследуемых режимов

при $\delta = 1,8 \dots 2,75$, где $\delta = \frac{\omega_{\max}}{\omega_{\min}}$, и величину её свободного сечения при этом

$$f = \frac{C_{\max}}{4780\delta + 41,8L}, \quad \text{где}$$

$$C_{\max} = 1,6C_1 - 4,8(l-31)$$

Проведенные исследования установили определяющие качественные и количественные составы бражных дистиллятов, полученные на колоннах с исследуемыми типами контактных устройств и представлены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование	Содержание примесей в бражном дистилляте, полученном при перегонке мелассных бражек, % вес.	
	на колонне с ситчатыми тарелками	на колонне с чешуйчатыми тарелками
Диэтиловый эфир	0,008	следы
Уксусноэтиловый эфир	0,0384	0,0047
Уксуснометиловый эфир	0,0093	0,00325
Пропионометиловый эфир	следы	—
Уксусный альдегид	0,0422	0,0365
Пропионовый альдегид	0,009	следы
Масляный альдегид	0,00007	следы
Ацетон	0,00038	0,00025
Диацетил	0,0018	0,002
Метиловый спирт	0,003	0,0002
<i>n</i> -Пропиловый спирт	0,0321	0,025
Изобутиловый спирт	0,0424	0,0545
Изоамиловый спирт	0,1195	0,072
<i>n</i> -Бутиловый спирт	следы	0,0002
Уксусная кислота	0,1348	0,0097
<i>n</i> -Масляная кислота	0,0143	0,0095
Изомасляная кислота	0,0485	0,06
Изовалерьяновая кислота	0,0276	0,004
Валерьяновая кислота	0,0184	0,01
Этиловый спирт в % об.	37,4 ÷ 33,8	39 ÷ 47,4

4. Выводы

Результаты проведенных исследований технологических показателей перегонки бражки на колоннах с различными типами контактных устройств позволяют сделать следующие выводы:

— анализ полученных кривых и аналитических выражений, описывающих распределение концентраций спирта в жидкости на тарелках колонны № 1, показывает, что наиболее полное извлечение спирта происходит при максимальной скорости паров, тогда как для колонны № 2 наоборот. Аналитические зависимости состава паров от состава жидкости на тарелках имеют вид кривых фазового равновесия, но их графики расположены ниже её и тем в большей степени, чем выше скорость движения паров;

— характер распределения концентраций основных групп примесей этилового спирта в жидкой и паровой фазах неидентичен. Альдегиды практи-

чески не концентрируются на тарелках колонны, в то время как сложные эфиры накапливаются в интервале крепостей спирта 1,2 . . . 2,1% об. (12—14 тар. колонны № 1), что связано с началом реакции этерификации и переходом в паровую фазу неидентифицированных труднолетучих эфиров. В колонне № 2 таких зон не установлено. Концентрация высших спиртов возрастает от тарелки к тарелке, а содержание летучих кислот снижается и в большей степени в колонне № 2.

— установлено, что в бражном дистилляте, полученном на колонне с чешуйчатыми тарелками содержится в 4,5—5 раз меньше эфиров и в 1,5 раза — альдегидов.

— промышленные испытания и внедрение колонн с чешуйчатыми контактными устройствами показали их высокую производительность, эффективность по сравнению с типовыми ситчатыми и позволяют получить значительный экономический эффект.

Условные обозначения:

- δ — коэффициент, определяющий область устойчивых режимов работы тарелки;
- $\omega_{\min}, \omega_{\max}$ — максимальная и минимальная скорости пара в сечении колонны, м/с;
- f — свободное сечение тарелки, м²/м²;
- C_{\max} — коэффициент, зависящий от расстояния между тарелками и расхода жидкости;
- l — расход жидкости на единицу длины слива, м³/мг.

Резюме

В работе приведены результаты исследования в области перегонки и ректификации спиртосодержащих жидкостей, изучения динамики легколетучих примесей, сопутствующих спирту, эффективности применяемых при этом контактных устройств, с точки зрения возможности использования полученных данных для улучшения работы аппаратов спиртовой промышленности и выбора наиболее работоспособного для этого контактного устройства.

Литература

1. Балайтене Е. С.: Исследование примесей спирта-сырца, вырабатываемого в Литовской ССР и методы улучшения качества ректифицированного спирта. Автореферат кандидатской диссертации. Каунас, 1979.
2. Егоров А. С.—Хиль Г. А.: Пути повышения качества этилового спирта, вырабатываемого из мелассы. ЦНИИТЭ пищепром, М., 1974, с. 38.
3. Николаев А. П.: Оптимальное проектирование и эксплуатация брагоректификационных установок. Пищевая промышленность. М., 1975, 183с.
4. Грязнов В. П.: Предложения по совершенствованию процесса ректификации спирта. В сб. «Совершенствование процессов и аппаратуры ректификации спирта с целью улучшения его качества», М., 1965, с. 24—27.

5. Сокольская Е. В.—Висневская Г. Л.—Егоров А. С.: Исследование состава примесей этилового спирта с пониженными дегустационными показателями. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1972, № 1, с. 19—20.
6. Яровенко В. Л.—Богданов Ю. П.: О новых направлениях в области ректификации этанола. В сб. Пути повышения качества спирта, Одесса, 1973, с. 27—29.
7. Заремба В. К.—Анистратенко В. А.: Графо-аналитический метод расчета оптимальных режимов работы бражной колонны с применением инструментального хроматографического метода анализа бражки. В сб. Повышение эффективности, совершенствование процессов и аппаратов химических производств, Харьков, 1976, с. 26.

Заремба Виталий Казимирович доцент Киевского технологического института пищевой промышленности, кандидат технических наук, СССР. Домашний адрес: СССР, 252166, г. Киев—166, ул. Маршала Жукова 45, кв. 170.

Prof. Dr. Radomir LÁSZTITY, H-1521 Budapest