

Изобретение относится к ликеро-водочному производству, а именно к вспомогательным материалам, в частности к способу регенерации активированного древесного березового угля, применяемого для очистки спиртово-водных полуфабрикатов. Способ возможен к применению для регенерации древесного угля, используемого при очистке питьевой воды, пищевых продуктов и вентиляционных выбросов.

Наиболее близким по технической сущности является способ регенерации древесного активированного угля [1] для достижения его активности, близкой к исходной, где на первой ступени процесса производят термическую обработку угля о псевдоожиженном слое при температуре до 400°C и при этом удаляют летучие вещества. Происходит потеря сухой массы - 9-10%, а затем во втором реакторе производят строго контролируемую термическую обработку угля при температуре 650-870°C в среде перегретого водяного пара с окисляющими газами (в основном газ - O_2 - 5-10%), с незначительными сопутствующими примесями. Недостатком способа является то, что при указанной температуре и высоком содержании кислорода в реакционной среде уменьшается выход угля и снижается прочность его частиц за счет большого выгорания углерода в порах угля.

Задачей, на решение которой направлено изобретение, является разработка высокоэффективного способа регенерации древесного березового активированного угля, используемого в ликеро-водочном производстве, путем его термической обработки при контролируемых температуре и реакционной газовой среде. В результате происходит восстановление активированного угля с достижением требуемых ГОСТом характеристик получаемого продукта.

Поставленная задача решается тем, что в предлагаемом способе регенерации древесного угля, включающем процессы термической обработки в пересыпающемся или псевдоожиженном слое в реакционной среде перегретого водяного пара с кислородом, согласно изобретению, проводят термическую обработку угля при температуре 400-640°C до потери массы 10-20%, при этом в реакционную среду одновременно с водяным паром вводят газ азот с кислородом в соотношениях соответственно: 300-500: 100: 1-2 и на 1 кг древесного березового активированного угля, отработанного в ликеро-водочном производстве, расходуют указанной парогазовой смеси - 4-7 м³, затем уголь охлаждают в этой среде до температуры 250-300°C, после чего выдерживают на воздухе до температуры окружающей среды.

Благодаря низкой температуре термообработки (400-640°C), из отработанного древесного березового угля возгоняются без разложения летучие вещества, такие как сложные эфиры и сивушные масла, накопленные в процессе работы с ликеро-водочными полуфабрикатами.

При деактивации угля увеличивается объем мезопор за счет выгорания микропор. Оптимальные условия регенерации отработанного угля достигаются совокупностью тепловых условий термообработки, контролируемых по потере сухой массы 10-20%, и реакционной средой, содержащей водяной пар и кислород, и куда дополнительно вводят газ азот. Именно благодаря наличию в реакционной среде азота из пористой структуры древесного активированного угля не удаляются азотсодержащие вещества, присутствующие в нем и чем сохраняется прочность его частиц.

При небольшом количестве кислорода (1-2%) исключается поверхностный обгар частиц.

Именно из-за выдерживания активированного угля в указанной атмосфере при охлаждении до 250-300°C и последующем выдерживании этого угля на воздухе и охлаждении до температуры окружающей среды, поверхностные атомы углерода окисляются кислородом до функциональных групп, которые придают активированному углю избирательную поглотительную способность по отношению к органическим веществам, присутствующим в ликеро-водочных полуфабрикатах.

При температуре нагрева до 400°C не все летучие вещества, скопившиеся в порах древесного березового угля, отработанного в ликеро-водочном производстве, удаляются.

А при нагреве больше 640°C, например, как указывает прототип 650-870°C, происходит обугливание этих летучих веществ, находящихся в порах, а также выгорание древесных пор, что ухудшает структуру и сорбционные возможности древесного березового угля.

При содержании меньше 1% кислорода в реакционной смеси идет слабо процесс, а при содержании больше 2% усиливается обгорание пор и нарушается структура сорбента - активированного угля.

Потери сухой массы контролируются, так как при менее 10% потерь сухой массы недостаточно удалено летучих и других веществ из структуры угля, а при более 20% - наступает опасность проникновения глубоко в поры и обугливание их стенок.

Газ азот вводят в реакционную среду одновременно с водяным паром. В вводимом газе азоте содержится 1-2% кислорода. Общее соотношение компонентов в реакционной паро-газовой смеси составляет: $H_2O: N_2: O_2$ как 300-500:100:1-2.

Благодаря совокупности признаков описанных выше, достигается высокая эффективность регенерации древесного березового активированного угля при сохранении его структуры.

В совокупности все признаки позволяют получить активированный уголь с высокой поглотительной способностью селективного характера, сохранить прочность его частиц и развить мезопористую структуру. Мезопоры играют важную роль для сорбции микроколичеств органических веществ, содержащихся в спиртово-водных растворах.

Показатели процесса регенерации активированных углей в предлагаемом способе по сравнению с прототипом приведены в табл. 1 и 2.

Пример конкретного выполнения способа (табл. 1, пример 3). Отработанный в ликеро-водочном производстве активированный древесный березовый уголь марки БАУ-А влажностью 50-60% выгружают из адсорбционной колонны и подвергают термической обработке в контролируемой реакционной газовой среде азота, водяного пара и кислорода (1,5%) при температуре 520°C в пересыпающемся слое в электро-обогреваемой вращающейся печи при контроле потери массы угля по измерению его насыпной плотности. Газ азот вводят в реакционную среду одновременно с водяным паром. В вводимом азоте содержится 1-2% кислорода. Общее соотношение компонентов в смеси: $H_2O: N_2: O_2$ как 300-500:100: 1-2. После этого уголь охлаждают в этой среде до 275°C. Затем уголь выгружают из реакционной зоны и окисляют воздухом с

последующим охлаждением до окружающей среды.

Охлажденный регенерированный активированный уголь герметично запаковывают в полиэтиленовые пакеты емкостью 50 л для последующего хранения или транспортировки.

В описанном примере получают активированный уголь со следующим ситовым составом:

размер частиц **1-2 мм – 30%**
 2-4 мм – 70%.

другие характеристики представлены в таблице.

Аналогично был проработан ряд других примеров. Результаты сведены в табл. 1, из которой видно, что оптимальным режимом является термическая обработка при 400-650°C в пересыпающемся или кипящем слое до потери массы 10-20% в реакционной газовой среде азота, водяного пара и кислорода, которого содержится 21-2%, и охлаждения в этой среде до 250-300°C. а затем выдерживание на воздухе с охлаждением до температуры окружающей среды позволяет получить активированный уголь с показателями качества, соответствующими новому углю БАУ. Содержание органических веществ в водке до и после очистки регенерированным активным углем марки БАУ-А приведено в (табл. 2), Скорость фильтрации при пересчете на стандартную колонну - 600 л/ч.

Содержание примесей в водке, очищенной регенерированным активированным углем, мало отличаются от водки, очищенной активированным углем марки БАУ-А, полученным согласно ГОСТ 6217-74. Эти данные подтверждаются величинами оптической плотности водки в интервале длин волн 200-350 мм.

Использование регенерированного по предложенному способу активированного древесного березового угля позволяет достичь высокой очистки водочных полуфабрикатов при небольших затратах на регенерацию отработанного угля.

Показатели	Примеры			
	1	2	3	4
Температура термообработки, °C	395	400	520	640
Температура выдержки, °C	245	250	275	300
Содержание кислорода в реакционной среде, об. %	0,5	1	1,5	2
Введение азота в реакционную среду в соотношении: H ₂ O	290	300	400	500
в частях N ₂	90	100	100	100
O ₂	0,9	1	1,5	2
на 1кг древесного березового угля пароразовой среды расходуют, м ³	3	4	5,5	7
Потеря массы, %	9	10	15	20
Объем пор, см ³ /г	—	микро-	0,35	0,17
		мезо-	0,53	0,48
		макро-	0,4	0,68
		по бензолу	0,18	0,19
Плотность насыпная, г/см ³	0,165	по ртути	—	1,52
			0,160	0,77
Поглотительная способность	500	582	800	619
иодное число, мг/г				
по уксусной кислоте	48	50	85	82
мг-экв/100 гр угля				

Таблица 2

Водка	Содержание органических веществ, мг/л			Метанол, %
	альдегиды	сложные эфиры	сивушные масла	
Неочищенная	0,70	41,1	2,22	0,030
Очищенная на новом заводском угле БАУ-А	1,60	21,4	1,65	0,020
Очищенная на регенерированном угле, при температуре термообраб- тки, °С				
400	2,76	28,3	2,22	0,023
520	1,38	20,2	1,66	0,021
640	1,36	23,4	2,01	0,023