

УДК 676.11.082.3

В.В. Заляжных

Заляжных Владимир Васильевич родился в 1960 г., окончил в 1982 г. Архангельский лесотехнический институт, кандидат технических наук, доцент кафедры стандартизации, метрологии и сертификации Архангельского государственного технического университета. Имеет более 20 печатных трудов в области биохимической переработки растительного сырья, гидролизных сред и сульфитных щелоков.

**ВЛИЯНИЕ АНИОНИТНОЙ ОБРАБОТКИ СУЛЬФИТНОГО ЩЕЛОКА НА ЗАГРЯЗНЕННОСТЬ БРАЖНОГО ДИСТИЛЛЯТА**

Показано, что бражный дистиллят из сульфитного щелока, обработанного анионитом АН-31, содержит примесей, ухудшающих качество товарного спирта, значительно меньше, чем полученный при продувке паром и воздухом.

щелок сульфитный, анионитная обработка, сбраживание, бражный дистиллят.

Традиционные способы подготовки сульфитного щелока к биохимической переработке (например продувка паром и воздухом), отличаясь большой энергоемкостью, не обеспечивают высокой степени десульфитации, что обуславливает низкое качество вырабатываемого из него спирта. Высокая степень десульфитации (с целью биосинтеза антибиотиков) достигается при обработке щелока по следующим схемам: продувка паром – подкисление серной кислотой – вторая продувка паром; подкисление серной кислотой – продувка паром [5]. Однако такой способ не менее энергоемок и, кроме того, связан со значительным расходом серной кислоты.

Ранее нами предложено [2] проводить десульфитацию путем обработки сырого щелока анионитами. При этом возможно получение сушла с низким содержанием соединений SO_2 . Кроме того, в обработанном анионитом щелоке снижается содержание тиосульфат-иона – возможного источника сероводорода, придающего неприятный запах товарному спирту [6]. С учетом низкой энергоемкости и возможности получения технических лигносульфонатов высокого качества [3] такой способ подготовки сульфитного щелока к биохимической переработке может быть оценен как достаточно перспективный.

В настоящей статье представлены результаты исследования влияния ионообменной и традиционной (продувка паром и воздухом) десульфитации щелока на содержание в бражном дистилляте примесей, ухудшающих качество товарного спирта.

Для экспериментов использовали щелок от кислых сульфитных варок Архангельского ЦБК. Ионообменную десульфитацию щелока аниони-

том АН-31 проводили по методике, изложенной в [6] (удельная нагрузка на ионит 28,6 м³/(т·ч) или 9л/(л·ч), гидромодуль 43). В традиционной технологии использовали продувку паром в течение 2 мин при температуре кипения с последующей часовой продувкой воздухом при температуре $t = 80 \dots 90$ °С. После нейтрализации сусло сбраживали при $t = 31 \dots 33$ °С периодическим способом в течение 22 ч дрожжами *Saccharomyces cerevisiae*. После отделения дрожжей из спиртовой бражки отгоняли дистиллят в количестве 50 % от объема.

Бражку исследовали по общепринятым методикам на кислотность, содержание РВ, SO₂ [1], спирт в ней определяли флотационным методом [1], альдегиды в дистилляте – с гидроксиламином [1] при вторичной отгонке (в количестве 50 % от объема) с добавкой 1 мл 10 %-го NaOH на 50 мл дистил-

Таблица 1

Вид обработки	рН	Сумма соединений SO ₂	Фурфурол
		%	
Сырой щелок	2,70	0,315	0,024
Продувка паром и воздухом	3,30	0,242	0,018
Ионирование	6,05	0,136	0,015

лята, фурфурол в щелоках и дистиллятах – по оптической плотности при длине волны 280 нм [4]. Из щелоков фурфурол отгоняли с паром по известным методикам, а бражной дистиллят фотометрировали непосредственно, разбавляя его 0,1 н раствором NaOH для разрушения фурфуролбисульфитного соединения. Необходимость создания щелочной среды в этом случае подтверждается следующим: оптическая плотность раствора фурфуrolа при 280 нм составляет 0,590, после введения в него 0,25 г/л сульфита натрия и подкисления до рН 4 она снижается до 0,135, но после подщелачивания до концентрации 0,1 н (по NaOH) оптическая плотность вновь возрастает до 0,580 (с учетом разбавления раствора), т. е. почти до исходной величины.

Для сравнительной оценки легко окисляемые вещества в дистиллятах оттитровывали 0,01 н раствором KmnO₄ до устойчивой окраски, не исчезающей в течение 20 ... 30 с.

Как видно из представленных в табл. 1 данных, ионированный щелок содержит соединений SO₂ значительно меньше, чем подготовленный по традиционной технологии. Кроме того, фурфуrolа в ионированном щелоке на 25 % меньше, чем в сыром, и почти столько же, как в щелоке, продутом паром и воздухом. Исходя из этого, можно предположить, что ионит в числе других компонентов щелока поглощает и фурфурол, возможно в виде альдегидбисульфитного соединения.

Ионированный щелок подкисляли серной кислотой до рН 4,5 и вводили питательные соли: NH₄H₂PO₄ (60 мг/л по P₂O₅) и (NH₄)₂SO₄ (20 мг/л по азоту). Продуемый паром и воздухом щелок подщелачивали раствором аммиака до рН 4,55 и добавляли NH₄H₂PO₄ (60 мг/л по P₂O₅). Оба продукта сбраживали на спирт.

Как видно из данных табл. 2, содержание общих РВ в ионированном щелоке несколько меньше, чем в продутом паром и воздухом. Возможные причины этого – сорбция ионитом части лигносульфонатов и альдегидбисульфитных соединений, распад части сахаров при ионировании щелока

Таблица 2

Порядковый номер опыта	Вид обработки щелока	Сусло		Спиртовая бражка			Выход спирта, л/100 кг РВ	
		РВ, %	рН	РВ, %	рН	Спирт, % об.	сброженных	общих
1	Продувка	2,94	4,55	1,66	4,35	0,68	53,1	23,1
2	«	2,94	4,55	1,66	4,40	0,68	53,1	23,1
3	Ионирование	2,83	4,55	1,50	4,50	0,71	53,4	25,1
4	«	2,83	4,55	4,50	1,50	0,71	53,4	25,1

Таблица 3

Порядковый номер опыта	Вид обработки щелока	Соединения SO ₂ , %			Кислотность, мг-экв/л	Легко окисляемые вещества, мг O ₂ /л	Фурфурол	Альдегиды по CH ₃ CHO
		Непосредственно титруемые	Легко отщепляемые	Сумма				
1	Продувка	0,015	0,017	0,032	16	25,6	40	176
2	«	0,014	0,016	0,030	15	22,4	39	168
3	Ионирование	0,004	0,015	0,019	11	7,2	20	145
4	«	0,004	0,016	0,020	10	7,2	19	145

вследствие высокой величины рН и некоторое разбавление щелока водой, находившейся в колонке с ионитом. Выход спирта из ионированного щелока несколько выше, чем из продутого паром и воздухом, однако при доверительной вероятности 0,95 разница в значениях не превышает погрешности метода, т. е. не является значимой. Концентрация спирта в бражке после сбраживания ионированного щелока выше, чем у продутого паром и воздухом, причем эта разница выше погрешности метода определения.

Как видно из представленных в табл. 3 данных, полученный при отгонке 50 % (от объема) бражки дистиллят из ионированного щелока (опыты 3 и 4), содержит значительно меньше загрязняющих примесей, чем дистиллят из щелока, продутого паром и воздухом (опыты 1 и 2). Следует отметить, что дистиллят опытов 1 и 2 имел резкий запах, а дистиллят опытов 3 и 4 – более слабый.

По-видимому, при уменьшении гидромодуля ионообменной обработки щелока и (или) удельной нагрузки на ионит возможно получение еще менее загрязненного дистиллята.

Таким образом, можно ожидать, что анионообменная обработка сульфитного щелока позволит повысить качество вырабатываемого из него спирта при сокращении расхода NaOH для нейтрализации кислот в спиртовой колонне и снижении количества побочных продуктов перегонки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Емельянова Е.З.* Химико-технический контроль гидролизных производств. – М.: Лесн. пром-сть, 1976. – 328 с.
2. *Заляжных В.В.* Обработка сульфитного щелока анионитом АН-31 // Лесн. журн. – 2000. – № 5–6. – С. 158-165. – (Изв. высш. учеб. заведений).
3. *Заляжных В.В.* Поглощение лигносульфоновых кислот при обработке сульфитных щелоков анионитом АН-31 // Лесн. журн. – 2001. – № 1. – С. 120-124. – (Изв. высш. учеб. заведений).
4. Инструкция по химико-техническому контролю гидролизного производства для научно-исследовательских групп ЦЗЛ: Отчет по теме 6/7 за 1979 г. – Л.: ВНИИгидролиз, 1980. – С. 105-106.
5. *Сапотницкий С.А., Глуценко Н.В.* Облагораживание сульфитного щелока для биосинтеза антибиотиков // Сб. тр. НИИГС. – 1963. – Т.11. – С. 102-105.
6. *Шарков В.И.* Гидролизное производство. – Том 3. – М.; Л.: Гослесбумиздат, 1950. – 552 с.

Архангельский государственный технический университет

Поступила 21.05.97

V.V. Zalyazhnykh

Influence of Anion Treatment of the Sulfite Liquor on the Wash Distillate Pollution

Wash distillate obtained by treatment of sulfite liquor with anion resin AN-31 is shown to contain much less, additions worsening the quality of the commercial alcohol than the one produced by air- and vapor-blowing.
