

## Глава IX

# ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ КОЛОННЫ

### Колонны окончательной очистки

Колонны окончательной очистки могут работать в двух вариантах. По первому их назначение состоит в том, чтобы выделить из ректифицированного спирта остатки головных и концевых (типа метанола) примесей; при этом они работают в **режиме элюации** концентрированного спирта. По второму варианту они работают в **режиме повторной ректификации**. В этом случае колонна освобождает ректификат в первую очередь от верхних промежуточных примесей (пропанол, изомасляно-этиловый и изовалерианово-этиловый и другие эфиры), а также за счет пастеризации уменьшает содержание головных и концевых примесей. Все это улучшает дегустационные показатели спирта, увеличивает время окисляемости и уменьшает содержание ряда примесей.

Обычно колонна окончательной очистки — это полная ректификационная колонна. Колонна (см. рис. IX-1) питается пастеризованным спиртом, отобранном с одной из верхних тарелок спиртовой колонны (пастеризованным). Она имеет 30—45 многоколпачковых тарелок и обогревается обязательно закрытым паром, через встроенный в колонну змеевик или выносной теплообменник. Расстояние между тарелками 170 мм.

При работе колонны в режиме элюации (рис. IX-1, а) ректифицированный спирт вводится в колонну на 10-, 15- или 20-ю (считая снизу)

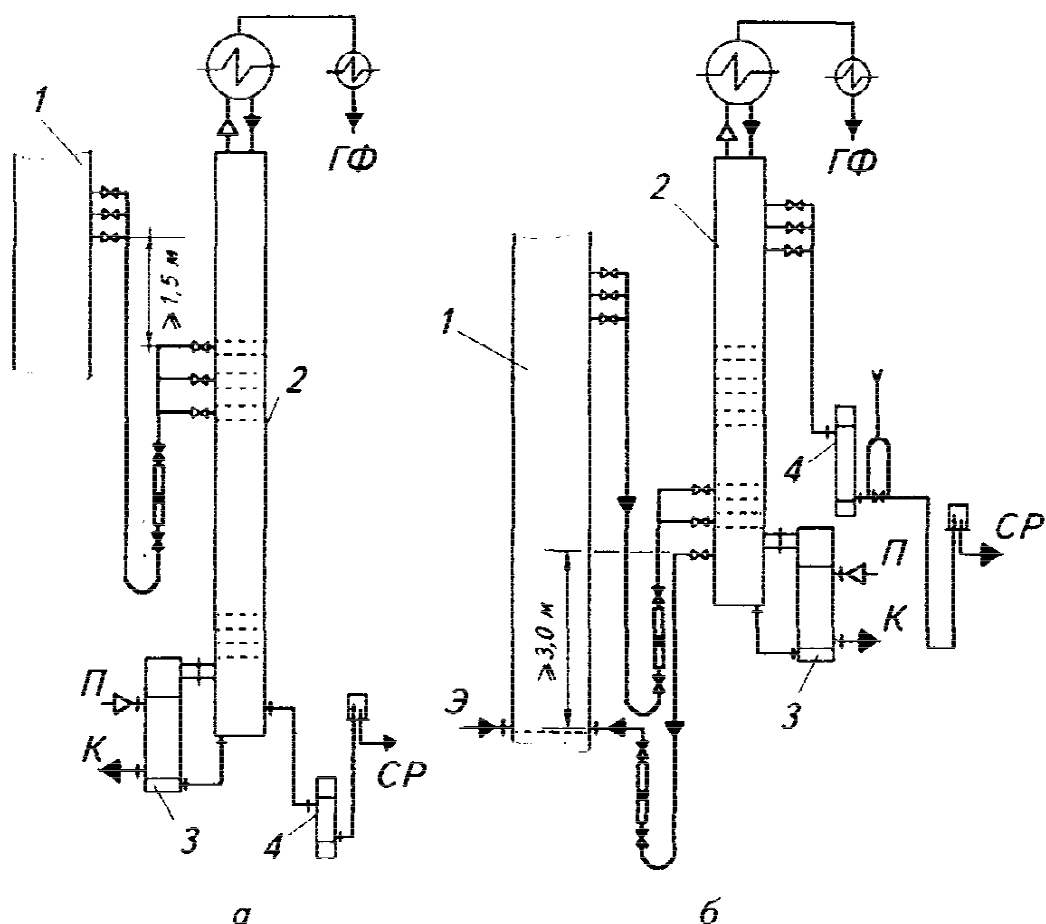


Рис. IX-1. Схема подключения колонны окончательной очистки к спиртовой колонне: а — при работе в режиме элюации; б — при работе в режиме повторной ректификации

тарелку. Выделенные в нижней части колонны и сконцентрированные в верхней головные примеси отводятся из конденсатора колонны окончательной очистки в виде погона головной фракции, отбираемого в размере 0,5–1 % от количества ректифицированного спирта. Он направляется в верхнюю часть элюационной колонны или удаляется из установки как побочный продукт. Дополнительно очищенный ректифицированный спирт выводится из кубовой части колонны.

При работе в режиме повторной ректификации ректифицированный спирт вводится на вторую или четвертую (считая снизу) тарелку колонны окончательной очистки (рис. IX-1, б), а дополнительно очищенный ректифицированный спирт отбирается в жидкой фазе с 8-й или 9-й тарелки (считая сверху). Из конденсатора колонны окончательной очистки отбирается головная фракция (примерно 0,5 %), а снизу колонны — фракция, обогащенная промежуточными и хвостовыми примесями (около 4 % введенного в колонну спирта). Эта фракция сбрасывается в зону питания спиртовой колонны.

Рассмотрим работу колонны окончательной очистки в режиме элюрации. Вследствие малого отбора головной фракции концентрационная часть колонны работает с высоким числом флегмы. Так, при отборе ее 0,5 % и удельном расходе пара 0,633 кг/кг число флегмы составляет около 350. В этих условиях в концентрационной части колонны должно происходить быстрое концентрирование как этилового спирта, так и головных примесей, в том числе и концевых, которые в данных локальных условиях являются головными.

Аналитическая зависимость между концентрацией примеси на тарелке питания  $\alpha_n$  и в ГФ  $\alpha_D$  при  $R \rightarrow \infty$  и постоянном значении коэффициента испарения примеси  $K$  выражается уравнением

$$\alpha_D/\alpha_n = K^n, \quad (\text{IX-1})$$

где  $n$  — число теоретических тарелок в концентрационной части колонны.

Содержание спирта в ГФ при атмосферном давлении в колонне может достигать 97–97,2 % об. Ввиду малого отбора ГФ концентрация спирта на входе в колонну окончательной очистки и на выходе из нее практически остается одинаковой.

Колонна окончательной очистки работает по принципу элюрационной колонны, но в отличие от нее имеет высокую и практически постоянную по всей высоте колонны концентрацию спирта.

Эффективность работы отгонной части колонны может быть определена кратностью извлечения примесей по ее высоте  $\alpha_n/\alpha_0$ , где  $\alpha_0$  — концентрация примеси в очищенном, выходящем из куба колонны спирте.

Пользуясь методом расчета кратности извлечения примесей для элюрационной колонны (рис. VII-5), мы выполнили расчеты кратности извлечения для колонны окончательной очистки в зависимости от удельного расхода пара и числа теоретических тарелок. Результаты приведены в табл. IX-1.

Из приведенных данных видно, что лучше всего извлекаются примеси, для которых коэффициент испарения  $K > L/G$ , причем с увеличением частного  $KG/L$  и числа тарелок в отгонной части колонны условия извлечения этих примесей улучшаются.

Если число тарелок  $n$  в отгонной части колонны окончательной очистки и значение коэффициента испарения примеси  $K$  остаются величинами постоянными, то на ход извлечения той или иной примеси можно влиять только изменением величины  $L/G$  или удельного расхода пара, так как величина  $L/G$  является однозначной функцией удельного расхода пара  $P$ .

Таблица IX-1

## Кратность извлечения примесей в колонне окончательной очистки

Примесь	Коэффициент испарения		Удельный расход пара 0,253 кг/кг ( $L/G = 2,8$ )			Коэффициент испарения			Удельный расход пара 0,633 кг/кг ( $L/G = 1,7$ )		
	Коэффициент испарения	$K = L/G$	$\alpha_n/\alpha_0$		$K = L/G$	Коэффициент испарения	$K = L/G$	$\alpha_n/\alpha_0$		$K = L/G$	Коэффициент испарения
			при $n = 5$	при $n = 10$				при $n = 5$	при $n = 10$		
		KG/L			KG/L			KG/L			
Муравьино-этиловый эфир	5,1		1,82	35	711	5,1		3,0	290	71200	
Уксусный альдегид	3,3		1,18	6,9	20	3,3		1,94	39	1088	
Примесь (гипотетическая)		$K = L/G = 2,8$	1	4,2	7,4		$K = L/G = 1,7$	1	3,1	5,2	
Метанол	2,1		0,75	2,8	4,6	2,1		1,23	6,1	20,2	
Акролеин	2,0		0,715	2,0	2,2	2,0		1,18	5,2	15	

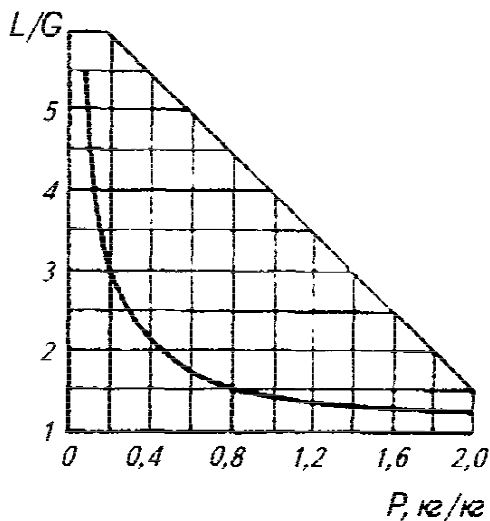


Рис. IX-2. График зависимости  $L/G$  от удельного расхода пара  $P$ , кг на кг спирта

Приведенный на рис. IX-2 график зависимости  $L/G$  от удельного расхода пара  $P$  составлен для определения оптимального удельного расхода пара для извлечения той или иной примеси. При определении следует иметь в виду, что величина  $L/G$  должна быть меньше или равна величине коэффициента испарения примеси  $K$ . Например, для освобождения спирта от такой примеси, как акролеин, расход пара должен быть равен 0,633 кг/кг ( $L/G = 1,7$ ). С увеличением удельного расхода пара условия извлечения всех примесей улучшаются.

Основные головные примеси — уксусно-метилловый эфир, уксусный альдегид, уксусно-этиловый эфир, акролеин, метиловый спирт — могут быть извлечены в колонне окончательной очистки, имеющей 10 теоретических тарелок в отгонной части при удельном расходе пара 0,633 кг/кг. Кратность извлечения наиболее трудно удаляемых из них акролеина и метилового спирта при этих условиях равна соответственно 15 и 20,2 (см. табл. IX-1), что вполне достаточно для получения спирта высокого качества. Все прочие примеси извлекаются еще более полно. На содержание промежуточных и хвостовых примесей наличие колонны окончательной очистки не оказывает никакого влияния.

Проведем сопоставление эффекта пастеризации и возможной кратности извлечения примеси в колонне окончательной очистки. Эффект пастеризации при КПД тарелок 100 % и бесконечном числе флегмы численно равен величине коэффициента испарения примеси. Кратность выделения примеси в колонне окончательной очистки может быть значительно больше  $K$  (см. табл. IX-1) и зависит от удельного расхода пара и числа тарелок в отгонной части колонны. Таким образом, колонна окончательной очистки обладает значительно большими возможностями выделения примесей по сравнению с пастеризацией, однако установка колонны окончательной очистки связана с усложнением аппаратурной схемы, увеличением капитальных и эксплуатационных затрат.

Практикой установлено, что на некоторых заводах трудно получать ректификованный спирт высокого качества из-за низкого качества воды, питающей паровые котлы. Вместе с паром при открытом обогреве спиртовой колонны заносятся примеси, которые достигают зоны отбора

пастеризованного спирта и загрязняют его. Наличие работающей в режиме элюации колонны окончательной очистки позволяет в этом случае освободить спирт от примесей, занесенных в спиртовую колонну с греющим паром.

Закрытый обогрев колонны дает возможность использовать загрязненный пар (например, экстрапар варочных отделений или выпарных установок), а также пар низкого потенциала ( $t = 100...110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), теплоту лютерной воды и барды, спиртоводного бражного пара, т. к. температура в кубовой части колонны поддерживается в пределах  $79...80\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Следует, однако, отметить, что окончательная очистка спирта связана не только с увеличением стоимости установки, но и эксплуатационными расходами на пар, воду и обслуживание. При доброкачественном зерно-картофельном сырье в установке колонны окончательной очистки нет особой необходимости. При переработке мелассы, дефектного зерно-картофельного сырья или при питании котлов загрязненной водой ее необходимо устанавливать в качестве контрольной колонны, а также при выделении метанола из этилового спирта.

Установка колонны окончательной очистки исключает необходимость вводить гидроксид натрия в спиртовую колонну при выработке спирта из мелассы, что положительно сказывается на органолептических показателях ректификованного спирта.

Рассмотрим работу колонны окончательной очистки в **режиме повторной ректификации**. Подключение колонны окончательной очистки, работающей в режиме элюации, целесообразно в том случае, когда в ректификованном спирте содержится значительное количество головных или концевых примесей, коэффициенты испарения которых в концентрированном спирте невелики ( $K = 1,5...3$ ), и выделение их (например метанола) за счет пастеризации в спиртовой колонне малоэффективно. К тому же следует учесть, что при работе колонны в режиме элюации снижается, хотя и незначительно, примерно на  $0,05-0,1\%$ , концентрация ректификованного спирта. Поэтому подключение колонны окончательной очистки, работающей в режиме элюации, допускается только в том случае, если спиртовая колонна не является «узким» местом.

При работе колонны окончательной очистки в **режиме повторной ректификации** в ней идет укрепление спирта (на  $0,2-0,3\%$ ), поэтому питание ее может осуществляться ректификованным спиртом концентрации примерно на  $0,2\%$  ниже стандартной. Это важно, если спиртовая колонна является «узким» местом в ректификационной установке. По-

мимо дополнительной очистки спирта колонна способствует повышению производительности спиртовой колонны. Однако, чтобы сконцентрировать спирт хотя бы на 0,2–0,3 %, необходимо ввести в колонну окончательной очистки около 7 кг пара на 1 дал спирта, что существенно повышает его себестоимость.

В колонне, работающей в режиме повторной ректификации, обычно устанавливают 30 тарелок. Эффект очистки спирта от головных примесей определяется эффектом пастеризации в верхней зоне колонны (см. главу XIII), а очистка от промежуточных примесей — эффективностью работы зоны от места ввода питания до места отбора пастеризованного спирта.

При расчете колонн окончательной очистки, работающих в режиме элюации, как и при расчете элюационной колонны, определяющей величиной является кратность извлечения ключевой примеси  $\alpha_n/\alpha_o$ .

Выполненные нами расчеты показывают, что для снижения концентрации метанола в спирте с 0,71 до 0,01 % мас. при расходе пара 5 кг/дал необходимо установить 64 тарелки (при КПД 0,5).

Сечение колонны подбирают исходя из допустимой скорости пара, производительности колонны и удельного расхода пара по уравнению (V-20).

В меласном спирте содержание головных и концевых примесей, для выделения которых предназначена колонна окончательной очистки, невелико, и для их выделения достаточен расход пара 2–3 кг на 1 дал ректификованного спирта при 30 тарелках в колонне (15–20 отгонных и 10–15 концентрационных). Для зерно-картофельных заводов, перерабатывающих метанолсодержащие бражки, удельный расход пара составляет 5–6 кг/дал при  $N = 40$  (25–30 отгонных и 15–10 концентрационных); для них целесообразно устанавливать колонны с 40–45 тарелками и более.

Ориентировочно производительность колонн окончательной очистки по спирту  $M$  можно принимать в зависимости от их диаметра  $D$ , м:

а) для меласных заводов  $M = 6940 D^2$  дал/сут;

б) для зерно-картофельных заводов  $M = 3470 D^2$  дал/сут.

В заключение следует отметить, что большое разнообразие примесей, которые могут быть ключевыми, требует при расчете колонн окончательной очистки исходить из конкретных условий.

### Сивушные колонны

В сивушной колонне проводится дальнейшее концентрирование сивушного масла и других промежуточных примесей, начатое в спиртовой колонне.