

концентрациях). Следовательно, из головных примесей именно они являются определяющими при расчете элюционной колонны.

Исходный продукт может содержать и другие головные примеси, выделение которых также необходимо. Чтобы определить условия их выделения, необходимо предварительно определить характер изменения их коэффициентов испарения с изменением концентрации спирта в исходном продукте.

А.П. Николаев провел анализ работы элюционной колонны при выделении метанола, кротонового альдегида, триэтиламина, акролеина. Им установлена общая закономерность, присущая процессу извлечения всех примесей, кроме триэтиламина, — положительное влияние увеличения расхода пара на процесс. Извлечение метанола и кротонового альдегида связано со значительными трудностями. Оно осуществимо только при малых величинах  $\alpha_s/\alpha_0$  или при значительных расходах пара и большом числе тарелок.

Весьма своеобразно поведение триэтиламина. При некоторых условиях увеличение расхода пара может ухудшать его извлечение и снижать качество ректифицированного спирта.

Необходимая степень (кратность) извлечения примесей зависит от содержания их в исходном продукте, подвергаемом элюции, т.е. в конечном счете от вида перерабатываемого на спирт сырья и его качества. Особенно велико различие в содержании альдегидов в исходном продукте (в мелассном спирте оно примерно в 3 раза больше, чем в зерновом, и в 25 - 30 раз больше, чем в картофельном). По технологическим требованиям, при очистке спирта, получаемого из различных видов сырья, содержание головных примесей в элюрате должно быть одинаковым. Поэтому при повышенном содержании примесей в исходном продукте нужно повышать и степень их извлечения. Степень извлечения примесей можно изменить прежде всего соответствующим изменением концентрации вводимого в колонну исходного продукта (см. рис. VII-4, в), а затем увеличением удельного расхода пара.

Приведенный анализ работы отгонной части элюционной колонны сделан без учета влияния ее концентрационной части, которая может внести некоторые коррективы в работу отгонной части колонны.

На рис. VII-6 приведены кривые распределения концентраций ряда головных и некоторых промежуточных примесей по высоте концентрационной части колонны при полном ее насыщении. Из рисунка видно, что по высоте колонны содержание головных примесей 3, 4, 5 и 6 быстро

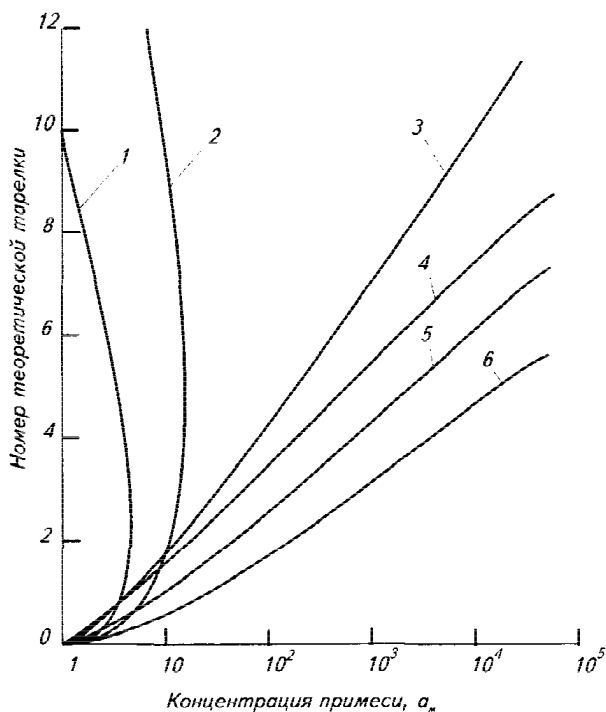


Рис. VII-6. График распределения примесей по высоте концентрационной части колонны при полном насыщении: 1 — изовалерианово-этиловый эфир; 2 — изомаляно-этиловый эфир; 3 — уксусно-этиловый эфир; 4 — уксусно-метилловый эфир; 5 — муравьино-этиловый эфир; 6 — уксусный альдегид

увеличивается. Промежуточные примеси 1 и 2 имеют максимумы концентрации.

Концентрационная часть колонны, когда она будет пересыщена головными примесями, может оказать существенное влияние на работу отгонной части. Рассмотрим этот случай на конкретных примерах. На рис. VII-6 видно, что из головных примесей уксусно-этиловый эфир обладает наименьшей кратностью концентрирования, следовательно, колонна будет насыщена прежде всего им. Предположим, что концентрационная часть колонны имеет 12 реальных, или 6 теоретических, тарелок (при КПД = 0,5). Емкость одной реальной тарелки (по флегме) обычно равна примерно двухминутному количеству питания, вводимого в колонну. Определяя по рис. VII-6 максимально возможную кратность насыщения для каждой тарелки, легко подсчитать, что при отсут-

ствии отбора головной фракции (работа с задержкой) концентрационная часть колонны будет полностью насыщена уксусно-этиловым эфиром в течение примерно 60 ч.

При дальнейшей задержке отбора головной фракции начнется накопление уксусно-этилового эфира на тарелке питания, что равноценно повышению содержания примеси в исходном продукте. Это вызовет необходимость увеличить кратность извлечения в нижней части колонны, в противном случае задержка приведет к повышению содержания примесей в элюате. Чтобы избежать увеличения необходимой кратности извлечения, что связано с увеличением удельного расхода пара, необходимо начать отбор головной фракции. Минимальная величина отбора этой фракции будет определяться из баланса уксусно-этилового эфира, введенного в колонну и выведенного из нее, и кратностью его концентрирования. Если концентрация его на верхней тарелке колонны достигла  $\alpha_k = 5 \cdot 10^2 \alpha_c$ , то минимальная величина отбора головной фракции составит 1/500, или 0,2 % от количества введенного в колонну спирта.

Из рассмотренных головных примесей уксусно-этиловый эфир является определяющим, поскольку кратность его концентрирования минимальна. При выработке спирта из мелассы определяющей примесью может быть также и триэтиламин, если его много в бражке. При наличии других головных примесей с меньшей кратностью концентрирования они будут определять величину отбора головной фракции.

Расчеты показывают, что триметиламин и акролеин хорошо концентрируются и легко выводятся с головной фракцией.

С увеличением числа тарелок в концентрационной части колонны и их емкости длительность задержки соответственно увеличивается, а минимальная величина отбора головной фракции уменьшается. При этом следует учитывать аккумулярующую способность дефлегматора и конденсатора колонны. Таким образом, с позиции увеличения длительности задержки и возможно большего концентрирования головных примесей, увеличение числа тарелок в концентрационной части колонны и их общей емкости не может встречать возражений. Однако чрезмерная задержка или уменьшенный отбор головной фракции ухудшают работу отгонной части колонны, особенно при наличии головных примесей, мало отличающихся от спирта величиной коэффициента испарения.

Теперь рассмотрим влияние числа тарелок, продолжительности задержек и величины отбора головной фракции на ход извлечения промежуточных примесей 1 и 2 (см. рис. VII-6). Промежуточные примеси этого типа относятся к верхним, т. к. их концентрирование совпадает с зоной

концентрированного спирта (см. рис. II-10). Верхние промежуточные примеси желательнo полностью выделить в элюационной колонне, поскольку сделать это в спиртовой колонне почти невозможно из-за совпадения зоны их концентрирования с зоной максимальной концентрации спирта — зоной отбора очищенного (пастеризованного) спирта.

Рассмотрим поведение этих примесей на примере изомаляно-этилового эфира. Этот эфир быстро концентрируется на нижних тарелках концентрационной части колонны; затем, достигнув максимума на пятой тарелке, его содержание начинает медленно уменьшаться при переходе на вышележащие тарелки. Так, если на 5-й тарелке (см. рис. VII-6) кратность концентрации его по сравнению с тарелкой питания достигла 15, то на 11- и 12-й тарелках она снизилась до 10. Для полного отвода изомаляно-этилового эфира с пятой теоретической тарелки следовало бы отбирать не менее 6–7 % головной фракции, при отборе же с 11- и 12-й тарелок — не менее 10 %. Практически величина отбора головной фракции значительно меньше. Следовательно, концентрационная часть колонны всегда будет пересыщена изомаляно-этиловым эфиром, и некоторое количество его будет отводиться с элюатом.

Вследствие малой кратности концентрирования промежуточных примесей на тарелках концентрационной части колонны полное насыщение ими колонны достигается очень быстро. Так, при указанных выше условиях полное насыщение колонны изомаляно-этиловым эфиром происходит приблизительно через 2 ч. Задержка отбора головной фракции вызовет переход его в элюат.

При наличии в исходном продукте промежуточных примесей сверхоптимальное увеличение числа тарелок в концентрационной части колонны и работа с длительными задержками нежелательны, т. к. это приводит к повышенному содержанию промежуточных продуктов в элюате. Эти примеси обуславливают специфические вкус и запах мелассного спирта, поэтому выделение примесей при ректификации мелассного спирта должно считаться первоочередной задачей.

К таким примесям относится, например, кротоновый альдегид. Обладая очень малым коэффициентом испарения при больших концентрациях спирта, он практически не удаляется с ГФ при отборе ее в пределах 3–5 %. Он имеет зону максимального накопления на 6–9 теоретических тарелках выше тарелки питания, но накопление это незначительно. Таким образом, освободиться от кротонового альдегида в элюационной колонне трудно, несмотря на то что он сравнительно хорошо удаляется в нижней части колонны.

Следует отметить, что рассмотренные примеси являются не единственными примесями такого типа. При переработке разных видов сырья неодинакового качества и при различных технологических режимах возможно образование примесей, характер изменения коэффициентов испарения которых нам еще не известен.

Приведенный анализ указывает на целесообразность усиления отгонной части элюрационной колонны за счет уменьшения числа тарелок в концентрационной части. Этими же расчетами показано, что в отдельных случаях возможна работа элюрационной колонны с задержками в отборе головной фракции.

При элюрации зерно-картофельного спирта, не содержащего промежуточных примесей, возможна работа с задержкой до 40 ч, а при элюрации мелассных спиртов, содержащих значительное количество промежуточных эфиров, можно допустить только кратковременные задержки (1–2 ч).

Приведенный анализ сделан для колонны, работающей под атмосферным давлением. С изменением давления в колонне несколько изменится распределение спирта и примесей по высоте колонны. К сожалению, в настоящее время мы не располагаем данными о летучести большинства примесей при различных давлениях. Однако можно отметить, что с понижением давления в элюрационной колонне распределение концентраций этилового спирта в отгонной части практически не изменится, а в концентрационной изменению будет более резким, чем в случае работы колонны при атмосферном давлении. Концентрация спирта на верхних тарелках под разрежением может достигать 97–97,3 % об. (против 92–96 % об. при атмосферном давлении), что может затруднить выход верхних промежуточных примесей типа изовалериано-этилового и изомаляно-этилового эфиров.

### **Работа элюрационной колонны с гидроселекцией**

В последнее время с целью улучшения условий элюрации в некоторых схемах ректификационных установок предусматривается подача воды в концентрационную часть элюрационной колонны (экстрактивная ректификация). Такой прием получил название **гидроселекции**. Гидроселекция позволяет снизить концентрацию спирта на тарелках элюрационной колонны и повышает коэффициенты испарения большинства примесей. Рассмотрим, в какой мере гидроселекция влияет на степень извлечения и концентрирования примесей в элюрационной колонне.