

## 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)

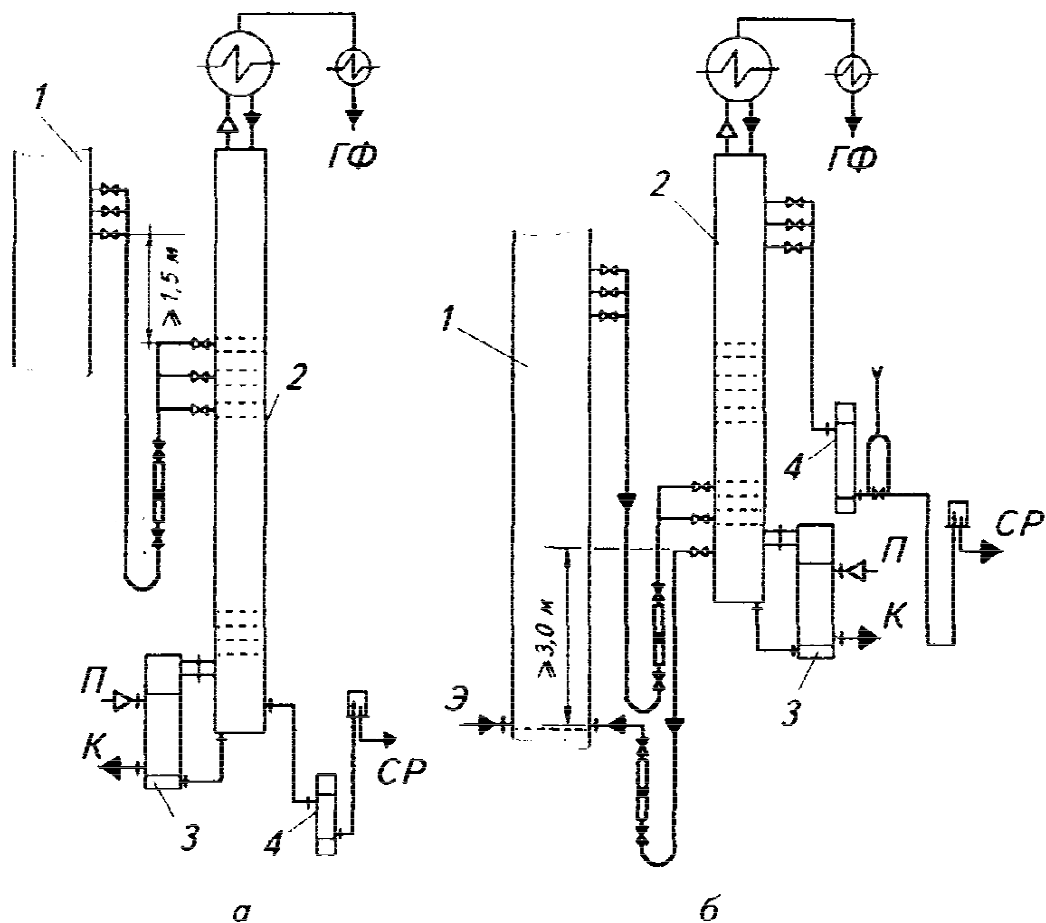


Рис. IX-1. Схема подключения колонны окончательной очистки к спиртовой колонне: а — при работе в режиме элюации; б — при работе в режиме повторной ректификации

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	$K = L/G$	$\alpha_v/\alpha_0$	$\alpha_v/\alpha_0$		Коэффициент испарения	$K = L/G$	$\alpha_v/\alpha_0$	$\alpha_v/\alpha_0$		$KG/L$
				при $n = 5$	при $n = 10$				при $n = 5$	при $n = 10$	
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)											
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			

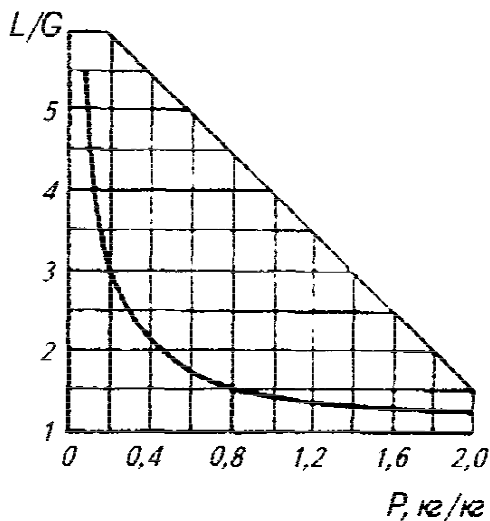


Рис. IX-2. График зависимости  $L/G$  от удельного расхода пара  $P$ , кг на кг спирта

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.

Типовые сивушные колонны, как правило, являются полными ректификационными колоннами (рис. IX-3). В их отгонной части устанавливают 15–17, в концентрационной — 40 многоколпачковых тарелок, при межтарелочном расстоянии 170 мм. Между отгонной и концентрационной частью устанавливают аккумулятор (рис. IX-4). В нем находится значительный объем спиртоводной жидкости, который обеспечивает равномерную работу колонны.

Аккумулятор можно представить как тарелку, на которой большое количество жидкости удерживается с помощью высокой горловины колпака (или колпаков при установке нескольких) и соответствующей высоты сливного стакана над тарелкой. Высота слоя жидкости в аккумуляторе может быть от 200 до 700 мм.

Питание в типовую сивушную колонну вводится на тарелку, расположенную непосредственно под аккумулятором, а концентрированные промежуточные продукты отбираются непосредственно из аккумулятора и с тарелок, расположенных над ним (в типовых колоннах с 18-, 19- и 20-й).

На наш взгляд, более рационален ввод сивушной фракции на 2–3 тарелки выше аккумулятора, что исключает движение этилового спирта через аккумулятор, где накапливается сивушное масло; с тарелки питания он поднимается вверх по колонне в зону его концентрирования, а сивушное масло движется вниз (в аккумулятор), где и концентрируется.

В зоне аккумулятора в сивушной колонне накапливается большое количество спиртов сивушного масла, в результате чего флегма, поступающая в аккумулятор, гетерогенна. В аккумуляторе она расслаивается, образуя верхний слой с высоким содержанием спиртов сивушного масла (концентрат сивушной фракции), и нижний — подсивушный, состоящий из раствора этилового спирта и спиртов  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$  в воде.

Часть аккумулятора, в которой размещаются сливные стаканы выше лежащей тарелки, отделена перегородкой от основного объема, образуя карман. Перегородка внизу не доходит до дна, а вверху оканчивается выше уровня жидкости, что обеспечивает сообщение кармана с остальной частью аккумулятора и в то же время спокойную поверхность жидкости в кармане. На уровне жидкости к карману с помощью штуцера прикреплен фонарь, через который из аккумулятора отводится концентрат сивушной фракции — маслянистая однородная жидкость. Фракция, отбираемая с 18-...20-й тарелок, также обогащена сивушным маслом, особенно пропиловым и изобутиловым спиртами. С ней отводятся в основном промежуточные эфиры и азотистые соединения. Эта фракция в зависимости от состава может быть как однородной, так и гетерогенной.



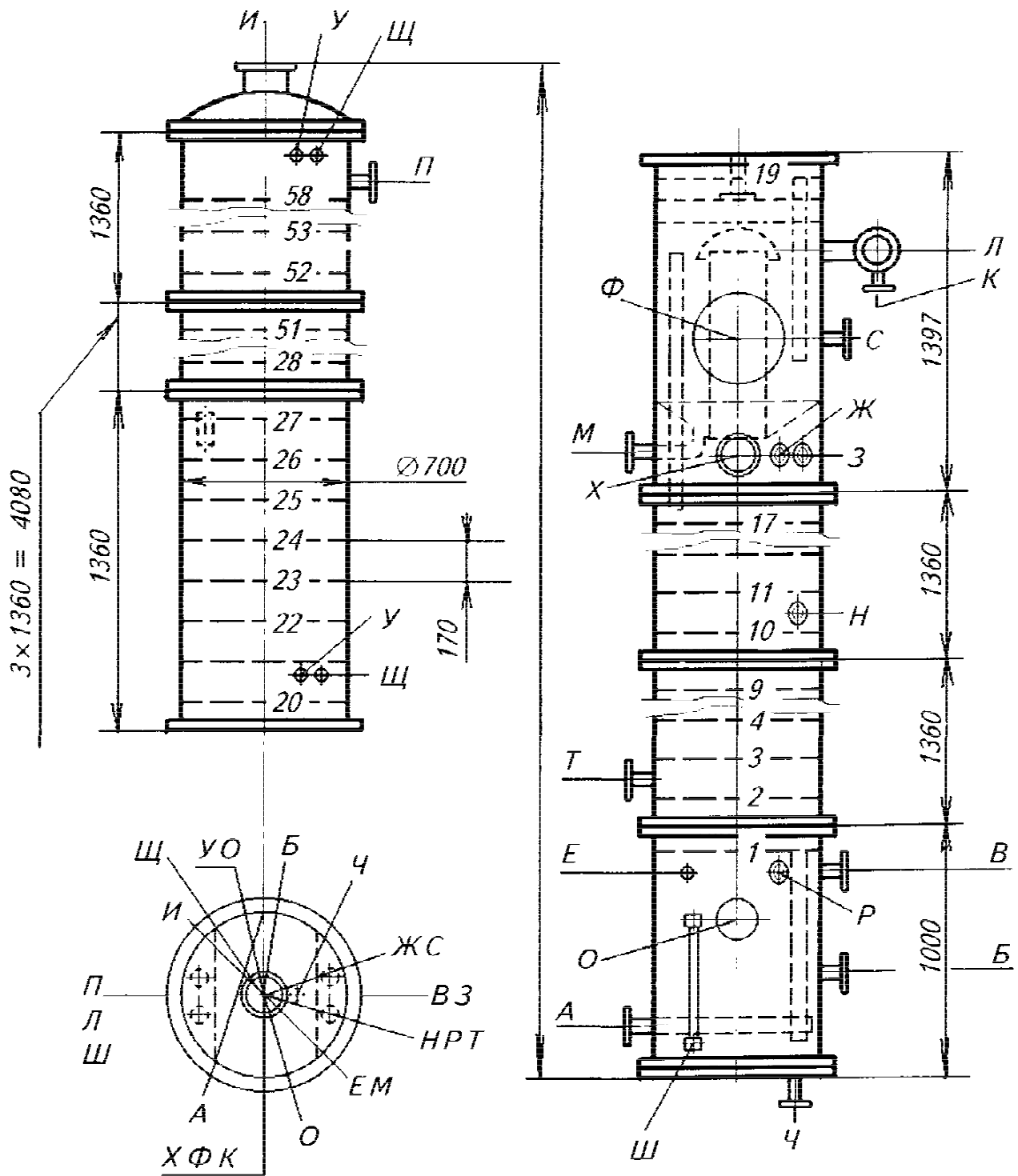


Рис. IX-3. Типовая сивушная колонна. Патрубки: А — вход пара; Б — выход лютерной воды; В — к вакуум-прерывателю; Е — к пробному холодильнику; Ж и З — ввод сивушных фракций от спиртовой колонны; И — вывод спиртового пара; К — вывод сивушного масла; Л — к фонарю; М — дренаж; Н — вход промывных вод; О — люк; П — ввод фигмы; Р — к парорегулятору; С — ввод воды; Т — от сепаратора; У — гильза для термометра; Ф — лаз; Х — люк; Ч — дренаж; Щ — указатель уровня; Щ — гильза для термометра

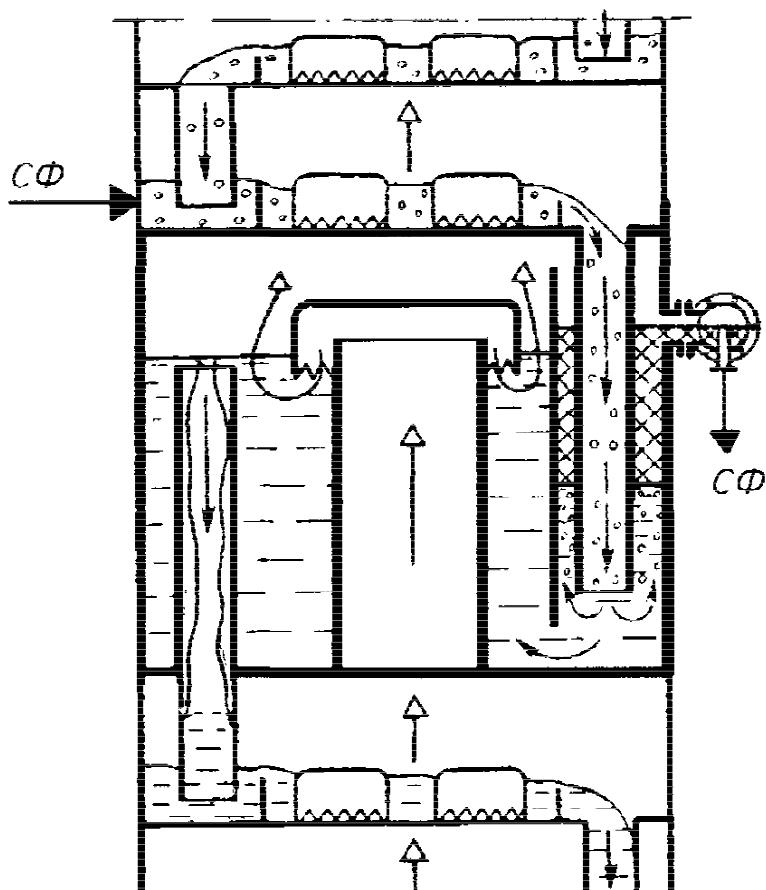


Рис. IX-4. Аккумулятор сивушной кислоты

В типовую сивушную колонну сивушная фракция из спиртовой колонны может вводиться в виде жидкой или паровой фазы. В большинстве случаев питание поступает в жидкой фазе; даже если фракция из спиртовой колонны отбирается в виде пара, она конденсируется, пройдя через холодильник. Однако практика Октябрьского завода Харьковского спиртообъединения показывает, что питание сивушной колонны паровой фазой вполне возможно и даже целесообразно, т. к. уменьшается расход пара на обогрев сивушной колонны.

Сивушная колонна питается в основном сивушной фракцией, отбираемой из спиртовой колонны в зоне концентрирования нижних промежуточных примесей. В ряде случаев в сивушную колонну из элюационной вводится фракция, обогащенная верхними промежуточными примесями.

Если БРУ не имеет сивушной колонны, функцию концентрирования промежуточных примесей выполняет спиртовая колонна, в которой создаются зоны с высокой концентрацией как сивушного масла, так и других промежуточных примесей. В результате может увеличиваться содержание этих примесей в ректифицированном спирте, что ухудшает его качество.

При наличии сивушной колонны количество отбираемого из спиртовой колонны погона увеличивается. Общее количество летучих компонентов, отбираемых из колонн ректификационной установки в сивушную колонну, составляет 3–10 % от поступающего в установку спирта.

Если принять, что из спиртовой в сивушную колонну вводится 5 % обогащенного сивушным маслом продукта от количества вводимого в установку спирта, то максимальная концентрация сивушного масла в нем составит приблизительно 7 %; при отборе 1 % (в отсутствие сивушной колонны) концентрация сивушного масла составит около 35 %.

Снижение концентрации сивушного масла в зоне его отбора приводит, во-первых, к соответствующему снижению концентрации его в зоне отбора ректифицированного спирта, во-вторых — к повышению коэффициента испарения этилового спирта. Таким образом, включение сивушной колонны в схему установки облегчает условия работы спиртовой колонны и улучшает качество ректифицированного спирта.

Важным моментом в работе ректификационной установки, снабженной типовой сивушной колонной, является способ вывода из нее концентрированного этилового спирта и возврата его в цикл ректификации. Опыт Косарского спиртзавода показывает, что этиловый спирт из сивушной колонны следует выводить не из дефлегматора, а с 3-...5-й тарелок (считая сверху) в жидкой фазе (по типу пастеризованного спирта) и подавать его в бражный дистиллят на питание эспюрационной колонны. Непастеризованный спирт отбирают из конденсатора сивушной колонны в небольшом, около 5 %, количестве и подают его на одну из верхних тарелок эспюрационной колонны (3-...5-ю). При таком приеме за счет работы типовой сивушной колонны улучшаются выделение головных примесей в установке и качество спирта по пробе на окисляемость.

В настоящее время нет обоснованной методики расчета сивушных колонн, поэтому основные параметры типовых сивушных колонн принимаются из практического опыта. При этом следует помнить, что увеличение числа тарелок в сивушной колонне способствует получению более чистого дистиллята (отбираемого в верхней части колонны) из более концентрированной сивушной фракции при минимальных потерях спирта с лютерной водой. Удельный расход пара, по-видимому, должен быть принят в размере около 3 кг на 1 дал спирта, вырабатываемого установкой. Исходя из этих соображений, ориентировочно диаметр

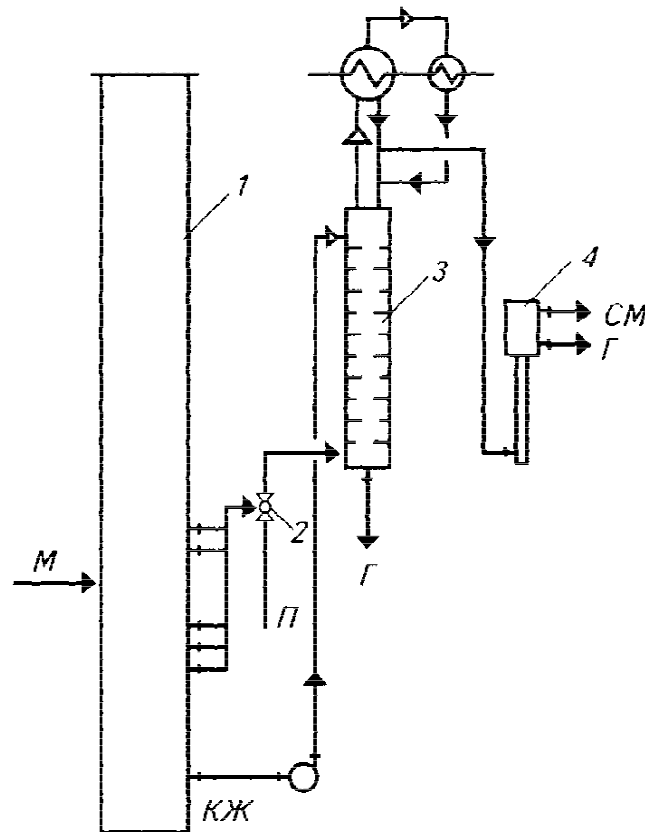


Рис. IX-5. Схема подключения сивушной колонны УкрНИИспиртбиопрода: 1 — спиртовая колонна; 2 — эжектор; 3 — сивушная колонна; 4 — экстрактор сивушного масла

сивушной колонны ( $D$ , м) можно принимать в зависимости от производительности БРУ по спирту:

$$M = 6940D^2 \text{ дал/сут при числе тарелок } N = 56 \left( \frac{40}{16} \right),$$

где  $M$  — суточная производительность брагоректификационной установки.

Типовые сивушные колонны изготавливаются из листовой меди толщиной 2,0–3,5 мм. Схема их обвязки представлена на рис. III-12, в.

УкрНИИспиртбиопродом предложена установка с сивушной колонной, работающей в режиме экстрактивной ректификации (рис. IX-5). Установка состоит из сивушной колонны с 12–16 тарелками, эжектора, дефлегматора, спиртоловушки, декантатора и экстрактора сивушного масла. Характеристика установки приведена в табл. IX-2.

Установка действует в следующем порядке. Сивушная фракция из спиртовой колонны отводится с помощью эжектора и вместе с грею-

Оборудование установки	Производительность БРУ, дал/сут		
	1500–2000	3000	6000
Сивушная колонна, $D$ , м	0,6	0,7	0,9
Дефлегматор, $F$ , м <sup>2</sup>	10	16	31,5
Декантатор, $V$ , м <sup>3</sup>	0,02	0,03	0,06
Спирголовушка, $F$ , м <sup>2</sup>	5	5	10
Холодильник сивушного масла, $F$ , м <sup>2</sup>	1,5	3,15	3,15

шим паром, давление которого 0,5–1,2 Мпа, вводится в куб сивушной колонны. На верхнюю тарелку сивушной колонны подается горячая, 95...100 °С, лютерная вода. Подача греющего пара регулируется по давлению в кубе сивушной колонны. Лютерная вода подается с таким расчетом, чтобы концентрация спирта в кубовом остатке сивушной колонны составляла 1,5–3 % об.

Пар из верха колонны поступает в дефлегматор, снабженный спирголовушкой. Конденсат пара при температуре 25...30 °С поступает в декантатор, где расслаивается; оттуда нижний спиртоводный слой поступает на орошение сивушной колонны, а верхний, обогащенный компонентами сивушного масла, в экстрактор, где промывается лютерной водой температурой 25...40 °С. Расход воды на экстрагирование регулируется так, чтобы видимая концентрация спирта в подсивушной воде была в пределах 1,5–5,0 % об.

При работе сивушной колонны температура в кубовой части поддерживается в пределах 98...99 и над верхней тарелкой 94...96 °С. Кубовый остаток из сивушной колонны направляется в бражку.

По данным авторов, в сравнении с типовой сивушной колонной уменьшаются металлоемкость колонны и расход пара.

### Колонны для выделения спирта из головной фракции

Головная фракция (ГФ) представляет собой смесь этилового спирта (94–98 %) с его головными примесями (эфирные простые и сложные, альдегиды, диацетил, метанол, азотистые и серосодержащие соединения) в количестве 2–6 %, считая по безводной части.

В головной фракции мелассных спиртов содержится до 500 мг/л сернистых соединений (в пересчете на серу) — альдегидсернистая кислота, сероводород, меркаптаны, сульфокислоты.

Азотистые соединения триметиламин, триэтиламин, этиламин и др. присущи ГФ, полученной при переработке мелассы и остродефектного зерно-картофельного сырья.

Фурфурол и метанол присутствуют в ГФ зерно-картофельных заводов. При переработке картофеля содержание метанола в ГФ доходит до 4 %, а при переработке свеклы — до 7 %.

Отбор головной фракции зависит от вида и качества сырья. При переработке зерна и картофеля нормального качества отбор головной фракции при выработке спирта высшей очистки обычно составляет 2–3 %, при выработке спирта более высокого качества отбор головной фракции увеличивают до 5–7 %. При переработке дефектного зерно-картофельного сырья также увеличивают отбор головной фракции.

При переработке мелассы отбор головной фракции обычно составляет 4–6 %; при переработке мелассы в спирт и пекарские дрожжи отбор головной фракции увеличивают. В практике предприятий дальнего зарубежья отбор головной фракции доходит до 15 %.

В головной фракции содержится 20–100 мг/л кислот; 0,1–4 % об. эфиров; 0,3–5 % об. альдегидов; 1–2 % об. метанола; 90–94,0 % этилового спирта и вода. Содержание примесей зависит от вида и качества сырья и % отбора головной фракции. С головной фракцией уходит от 1,5 до 7 % этилового спирта, содержащегося в бражке.

Анализируя данные по фазовому равновесию смесей этиловый спирт — вода — примесь (см. рис. II-10), легко заметить, что в слабых спиртоводных растворах (примерно до 20 % об.) все примеси, за исключением фурфурола и метанола, имеют явно выраженный головной характер. На основании этого нами разработан способ выделения этилового спирта из головной фракции экстрактивной ректификацией, получивший широкое распространение в промышленности.

Суть способа состоит в том, что ректификационную установку оснащают дополнительной колонной, на которой проводится разгонка ГФ на два продукта: концентрат головной фракции (КГФ), в который переходят все головные (в локальных условиях) примеси спирта, и свободную от головных примесей спирто-водную смесь — кубовый остаток. Последняя направляется в бражную колонну.

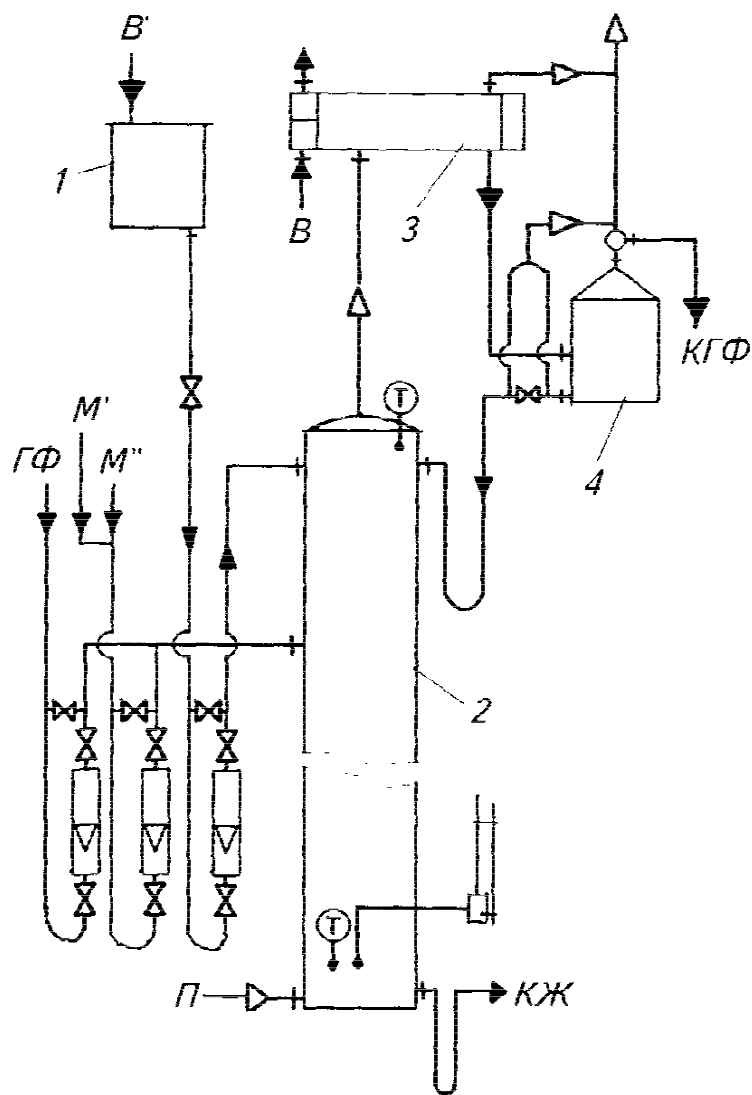


Рис. IX-6. Установка для выделения этилового спирта из головной фракции (децентрализованная)

Установка для выделения этилового спирта из ГФ (рис. IX-6) состоит из разгонной колонны 2, дефлегматора 3, декантатора 4, напорного сборника лютерной воды, или конденсатора водяного пара 1 и системы трубопроводов и контрольно-измерительных приборов. Головная фракция подается непосредственно от конденсатора эшюрационной колонны на тарелку питания разгонной колонны. Снизу в колонну вводится греющий пар, а на верхнюю тарелку подаются или конденсат водяного пара, или лютерная вода. За счет введения горячей воды ГФ разбавляется и под действием греющего пара освобождается от примесей. Спиртоводный пар, обогащенный эфирами и альдегидами, попадая в концентрационную часть колонны 2, встречает обильный поток воды, который поглощает этиловый спирт, а пар, обогащенный плохо растворимыми в воде альдегидами и эфирами, сво-

бодно проходит до верха колонны. По выходе из нее пар, содержащий воду, эфиры, альдегиды и прочие летучие примеси, конденсируется в дефлегматоре 3, образуя гетерогенную смесь, и направляется в декантатор, где она расслаивается. Нижний слой, обогащенный водой, направляется на орошение колонны, а верхний (КГФ), состоящий из эфиров, альдегидов и растворенных в них других летучих веществ, декантируется в сборник КГФ. Кубовый остаток, свободный от эфиров, альдегидов и прочих примесей, отводится из низа отгонной части колонны 2.

В разгонную колонну наряду с ГФ вводятся и другие погоны, обогащенные головными примесями ( $M'$ ,  $M''$ ).

Практика целого ряда перерабатывающих мелассу заводов (Косарский, Барский, Бершадский, Калиновский и др.) показала высокую эффективность работы разгонных колонн. Содержание спирта на тарелках отгонной части поддерживается в пределах 9–12 % об., в кубовой жидкости — 6–8 % об. Плотность концентрата головной фракции составляет 0,88–0,91 кг/дм<sup>3</sup>. Концентрат в основном состоит из альдегидов (около 45 %), сложных эфиров (около 25 %) и воды. Отбирается концентрата 0,1–0,3 % от количества ректифицированного спирта.

При работе с гидроселекцией устанавливают колонну с 40–45 многоколпачковыми тарелками и с межтарелочным расстоянием 170 мм (16–20 в концентрационной части колонны и 24–26 в отгонной). Расход греющего пара составляет 16–20 кг на 1 дал головной фракции, расход умягченной воды на гидроселекцию — 150–250 л/дал.

При переработке качественного крахмалсодержащего сырья разгонная колонна с гидроселекцией также дает хороший эффект. При повышенном же содержании метанола в головной фракции его выводят в колонне окончательной очистки или, по опыту ВНИИПБТ, используют разгонную колонну без применения гидроселекции.

При работе без гидроселекции используют колонну с 30 тарелками и закрытым обогревом. Головная фракция вводится на 20-ю тарелку снизу. Расход пара — около 30 кг на 1 дал ГФ. Концентрат головной фракции отбирается 1–3 раза в сутки в количестве 0,1–0,15 % от выработанного условного спирта. Концентрат ГФ имеет плотность 0,836–0,929 кг/дм<sup>3</sup>, содержание эфиров 200–220 г/л, метанола 30–40 % об., альдегидов 10–15 г/л. Этиловый спирт, освобожденный от головных примесей и метанола, имеет концентрацию 94–95 % об., содержание эфиров 0,4–0,5 г/л альдегидов 0,012–0,015 г/л и метанола 0,04–0,05 % об. Спирт направляется в бражку или в бражный дистиллят.



Ориентировочно диаметр ( $D$ , м) колонн для выделения спирта из головной фракции с применением гидроселекции можно определять в зависимости от производительности БРУ:

$$M = 6940D^2 \text{ дал/сут.},$$

где  $M$  — суточная производительность БРУ; площадь поверхности дефлегматора  $F = 0,007M$ , м<sup>2</sup>.

Расчеты показывают, что при гидроселекции наравне с головными примесями также хорошо извлекаются и все промежуточные примеси, если они вводятся в разгонную колонну. Это позволило нам дать теоретическое обоснование для создания брагоректификационной установки с выделением концентрата всех примесей спирта в виде одного побочного продукта — сивушно-эфироальдегидного концентрата (СЭАК). На такой установке (рис. III-13) практически полностью извлекается этиловый спирт из побочных продуктов. При этом исключается узел выделения и промывки сивушного масла, не требуются сивушная колонна и утилизация крепкого сивушного спирта, повысится качество ректифицированного спирта в связи с возможностью отбора в большом количестве побочных спиртосодержащих погонов. Все примеси выведутся в виде одного продукта, что упрощает их хранение и транспортировку. Выход сивушно-эфироальдегидного концентрата составляет 0,4–0,6 % от количества спирта.

Ориентировочно диаметр разгонной колонны в случае выделения всех примесей в виде одной фракции — СЭАК можно определить в зависимости от производительности БРУ по спирту:

$$M = 5000D^2 \text{ дал/сут.}$$

Площадь поверхности дефлегматора  $F = 0,007M$ , м<sup>2</sup>.

СЭАК и концентрат головной фракции могут подвергаться разгонке для получения отдельных их компонентов в чистом виде (уксусный альдегид, уксусно-этиловый эфир, амиловый, бутиловый и пропиловый спирты и др.).

### **Колонны ректификационных установок для абсолютирования спирта**

Установки для абсолютирования спирта (рис. III-18) включают две колонны: обезвоживающую (дегидратационную) и регенерационную. Та и другая представляют собой полные ректификационные колонны с

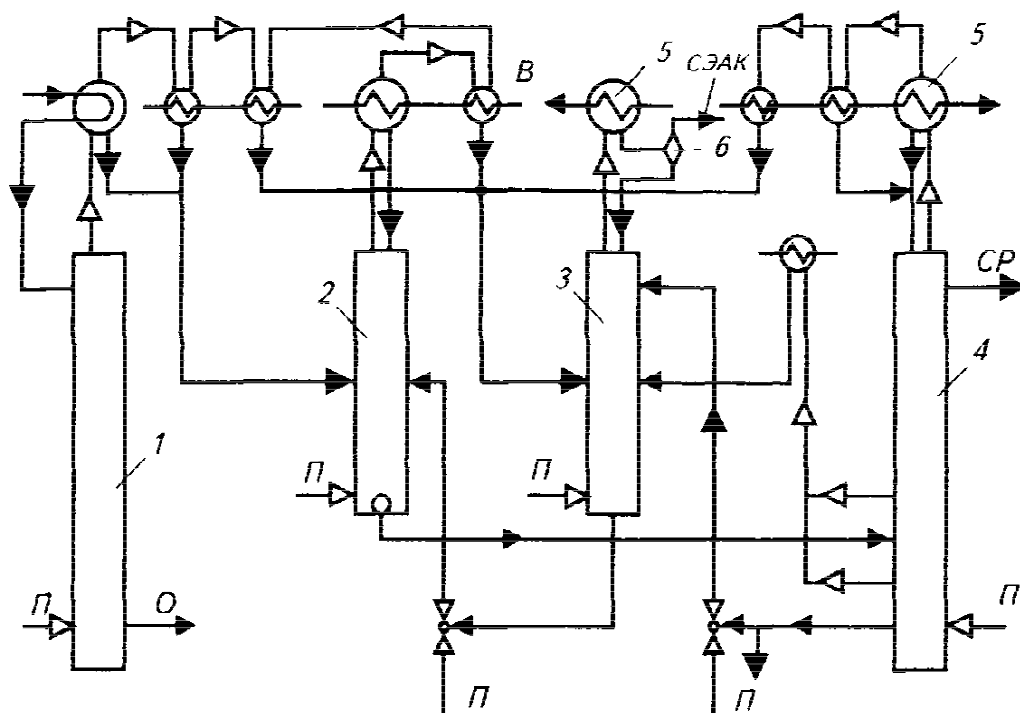


Рис. III-13. Схема брагоректификационной установки с выводом побочных примесей в виде одного продукта (СЭАК).

Колонны: 1 — бражная; 2 — элюационная; 3 — разгонная; 4 — спиртовая; 5 — дефлегматоры; 6 — декантатор

Рассмотренная схема брагоректификации дает возможность практически полностью извлечь этиловый спирт из побочных примесей и получать последние в концентрированном виде. При этом исключается узел промывки и выделения сивушного масла водной экстракцией, отпадает необходимость решать вопрос об использовании крепкого сивушного спирта, улучшается качество спирта за счет увеличения отбора обогащенных примесями спиртосодержащих погонов. Все побочные примеси выводятся в виде одного продукта, что упрощает их хранение и транспортировку.

Назначение колонны окончательной очистки (рис. III-12, б) состоит в выделении из ректифицированного спирта остатков головных и концевых примесей за счет повторной элюации концентрированного спирта. Это дает возможность улучшить дегустационные показатели спирта, увеличить время окисляемости, понизить содержание кислот, эфиров, альдегидов, метанола.

Типовая колонна обычно изготавливалась с 30 многоколпачковыми тарелками (20 в отгонной и 10 в концентрационной части). Обогревается колонна обязательно закрытым паром. В настоящее время типовые колонны стали изготавливать с 40 тарелками.

Головные и концевые примеси, выделенные в нижней части колонны и сконцентрированные в верхней, выводятся из конденсатора в виде головной фракции в количестве 0,5–1 % от количества введенного в колонну спирта. Головная фракция колонны окончательной очистки присоединяется к ГФ эспурационной колонны или ее направляют на одну из верхних тарелок эспурационной колонны, а при наличии разгонной колонны головную фракцию направляют в нее.

Прошедший дополнительную очистку от головных и концевых примесей ректифицированный спирт выводится из нижней части колонны, после чего направляется на охлаждение.

При использовании колонны окончательной очистки в **режиме повторной эспурации** концентрация выходящего из колонны окончательной очистки спирта **снижается** на 0,01–0,05 % по сравнению с концентрацией введенного в колонну спирта.

Колонна окончательной очистки может работать и в режиме **повторной ректификации** спирта. В этом случае спирт освобождается в основном от остатка верхних промежуточных примесей и частично от головных и концевых примесей (за счет повторной пастеризации).

При том же числе тарелок питание в колонну подается на 4-ю тарелку (считая снизу), а спирт после окончательной очистки отбирается с 10-й тарелки (считая сверху) из жидкой фазы. Наряду с отбором ГФ из конденсатора колонны в данном случае производится отбор фракции, обогащенной верхними промежуточными примесями, которая выводится из куба колонны окончательной очистки в количестве 2–3 % и направляется на тарелку питания спиртовой колонны.

Включение колонны окончательной очистки по режиму **повторной ректификации** **повышает концентрацию спирта** на 0,2–0,3 % об. по сравнению с концентрацией введенного в колонну спирта.

В **сивушной колонне** (рис. III-12, в) проводится дальнейшее концентрирование компонентов сивушного масла и других промежуточных примесей, начатое в спиртовой колонне. Сивушная колонна питается сивушной фракцией и сивушным спиртом, отбираемыми из спиртовой колонны в зоне концентрирования промежуточных примесей. В отгонной части колонны устанавливают 15–17, в концентрационной — 40 многоколпачковых тарелок при межтарелочном расстоянии 170 мм. Между отгонной и концентрационной частями устанавливается аккумулятор. В нем находится значительный объем спиртоводной жидкости, который обеспечивает равномерную работу колонны, и накапливаются компоненты сивушного масла.

Этиловый спирт и головные примеси концентрируются в верхней части колонны и выводятся обычно в элюрационную колонну. Иногда этот спирт отбирается как низший сорт для технических целей. Снизу колонны отводится лютерная вода. Обогрев колонны может быть открытым или закрытым.

В УкрНИИспиртбиопроде разработан несколько видоизмененный (экстрактивно-ректификационный) вариант сивушной колонны, работающей в режиме гидроселекции. Колонна оснащается 12–16 тарелками; питание вводится в куб колонны с помощью парового эжектора, на верхнюю тарелку наряду с флегмой подается горячая лютерная вода, что позволяет сконцентрировать компоненты сивушного масла при меньшем числе тарелок и меньшем расходе пара. Схема включения экстрактивно-ректификационной сивушной колонны УкрНИИспиртбиопрода показана на рис. III-11 (поз. 4).

Дополнительные колонны снабжаются верхними и нижними вакуум-прерывателями, регуляторами подачи пара и воды, гидрозатворами на линии отвода кубовой жидкости и лютера. Дополнительные колонны могут быть включены в схему любой брагоректификационной установки и любой непрерывнодействующей установки для ректификации спирта-сырца.

### *Брагоректификационные установки, работающие под разрежением*

Одним из эффективных путей снижения энергозатрат является создание брагоректификационных установок, работающих под разрежением. В установках такого типа одна или несколько колонн работают под давлением ниже атмосферного. В этих условиях наиболее эффективно осуществляется многократное использование тепла. Как в СНГ, так и за рубежом накоплен значительный опыт эксплуатации таких установок.

Вакуумные брагоректификационные установки, как правило, создавались на базе установок косвенного действия в двух вариантах.

По первому варианту (рис. III-14, а) под разрежением работает бражная колонна (иногда и элюрационная) и обогрев ее осуществляется за счет тепла конденсации спиртового пара спиртовой (иногда и сивушной) колонны. По такой схеме работают установки фирмы «Спейшим» (Франция), некоторые установки в США, установка, разработанная В. И. Баранцевым в Воронежском технологическом институте (ВТИ), и др.