

В случае работы элюционной колонны с гидроселекцией, когда вода подается на тарелки, расположенные выше ввода питания, но ниже верхней, процесс извлечения примесей интенсифицируется. Анализ показывает, что с увеличением расхода воды (при  $P = \text{const}$ ) увеличивается извлечение практически всех примесей. Головные примеси лучше извлекаются за счет отгонной части, а промежуточные — за счет гидроселекционной (между вводом питания и вводом воды) части колонны.

Увеличение расхода пара при гидроселекции сопровождается повышением эффекта извлечения примесей, кроме диацетила. Увеличение числа тарелок в гидроселекционной части колонны за счет отгонной способствует извлечению промежуточных примесей, таких, как диацетил, этилпропионат, но ухудшает извлечение головных примесей.

Анализ показал, что уменьшение числа тарелок в извлекающей части нежелательно, особенно когда в комплексе примесей преобладают головные.

Перемещение вверх точки ввода воды способствует извлечению промежуточных примесей.

## Глава V. АНАЛИЗ РАБОТЫ СПИРТОВЫХ КОЛОНН

В брагоректификационных установках и установках для ректификации спирта-сырца назначение спиртовой колонны состоит в том, чтобы выделить из элюрата спирт, сконцентрировать его, освободив от хвостовых, промежуточных и остатка головных примесей.

В сырьевых ректификационных установках в спиртовой колонне происходит только концентрирование спирта до 88 % об. за счет освобождения его от хвостовых примесей (лютерной воды).

В данном разделе рассматривается работа спиртовой колонны на примере брагоректификационных установок.

Чаще всего в брагоректификационных установках в качестве спиртовых применяют полные ректификационные колонны, и лишь в установках прямого действия с совмещенным извлечением спирта из бражки и лютерной воды применяют неполные колонны, состоящие только из концентрационной части. В отдельных случаях для удобства монтажа и ремонта спиртовую, как полную ректификационную колонну, расчленяют на отгонную и концентрационную части, которые органически связаны паровыми и жидкостными потоками. Такая колонна может рассматриваться как одна полная.

Спиртовая колонна может питаться элюратом, смесью элюрата и элюрированного пара или только элюрированным паром.

Элюрат вводится в спиртовую колонну при температуре, близкой к температуре его кипения, а спиртовой пар — сухой насыщенный.

Спиртовая колонна снабжена дефлегматором и конденсатором, в которых происходит конденсация всего парового потока. Из кон-

денсатора отбирается **непастеризованный спирт — концентрированный спирт, обогащенный головными примесями.** Количество его составляет **0,5—5%** (в зависимости от принятого режима работы). Конденсат из дефлегматора и конденсатора (за исключением отобранного непастеризованного спирта) полностью поступает на орешение колонны.

**Концентрированный спирт, освобожденный от головных примесей, — ректификованный спирт отбирается со второй — двенадцатой тарелки (считая сверху) в жидком виде.**

Способ отбора ректификованного спирта из жидкой фазы с тарелок, лежащих ниже верхней, получил название пастеризации, а спирт, отобранный таким образом, — пастеризованного.

Компоненты сивушного масла выводятся из спиртовой колонны в жидкой или паровой фазе из зоны их максимального концентрирования, лежащей вблизи тарелки питания. **При отводе в виде пара отбор обычно ведут с 5, 7, 9, 11-й тарелок (считая снизу), при отборе в виде жидкости — с 17—21-й тарелок.** Вместе с компонентами сивушного масла отводятся в значительной мере и другие промежуточные примеси.

Из нижней части полной колонны отводится лютерная вода, а вместе с ней и другие хвостовые примеси. Содержание этилового спирта в лютерной воде допускается не более 0,015% об.<sup>1</sup>

Спиртовые колонны современных брагоректификационных установок, как правило, **имеют 66—74 многоколпачковые тарелки** такой же конструкции, как и в эшюраторных колоннах (см. рис. 59 и 60). **В отгонной части колонн устанавливается обычно 16 тарелок, в концентрационной — 50—58 при расстоянии между ними 170 мм.** На ряде заводов число тарелок доводят до 82. В некоторых конструкциях установок Гипропищепрома-2 в нижней части колонны принимают межтарелочное расстояние 230 мм. Спиртовые колонны обогреваются открытым или закрытым паром.

Царги и тарелки спиртовых колонн, работающих при атмосферном давлении, изготовляют из медного листа толщиной 2—3,5 мм (в зоне концентрирования промежуточных примесей их целесообразно делать из листа большей толщины). В настоящее время начато изготовление колонн из нержавеющей стали с клапанными тарелками. При работе колонн под разрежением стенка делается толще, чем для атмосферных колонн диаметром более 1200 мм.

В двухколонных сырьевых установках спиртовая колонна обычно имеет 24—26 тарелок, в том числе 14—16 в отгонной и 10 в концентрационной части.

В одноклонных установках спиртовая колонна представлена только концентрационной частью обычно с 10-многоколпачковыми или ситчатыми тарелками.

<sup>1</sup> По технологической инструкции наличие спирта в лютерной воде не допускается.

## Распределение концентраций спирта по тарелкам спиртовой колонны

При анализе работы спиртовых колонн в первую очередь необходимо знать распределение концентраций спирта по тарелкам колонны, так как от его концентрации зависят коэффициенты испарения и расположение зон концентрирования выделяемых в колонне примесей.

Расчет распределения концентраций спирта по тарелкам колонн можно вести графическим методом с помощью диаграммы фазового равновесия жидкость — пар системы этиловый спирт —

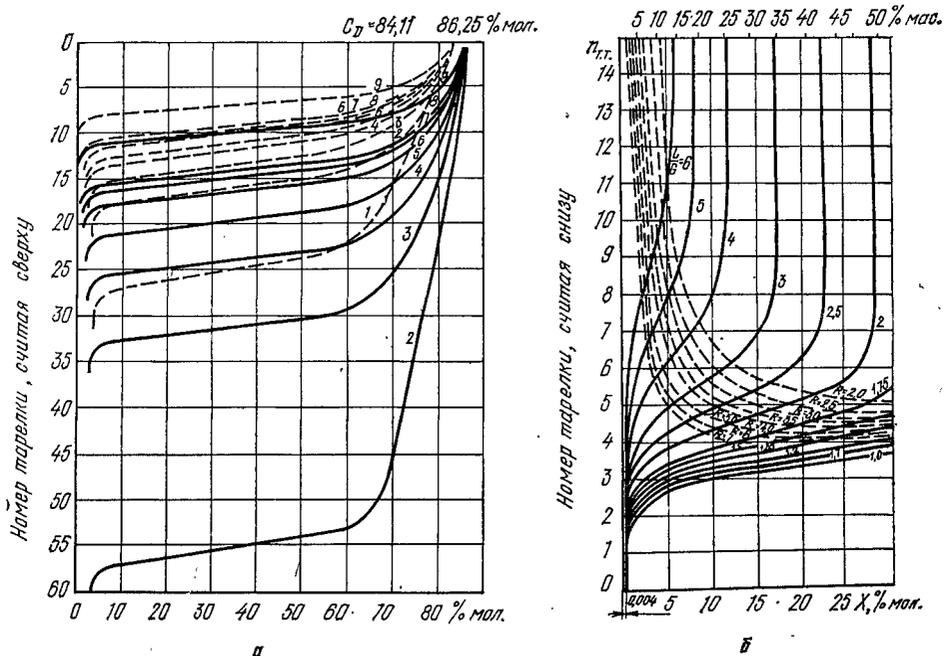


Рис. 78. Распределение концентраций спирта по тарелкам спиртовой колонны: а — концентрационная часть при  $R$ : 1—2; 2—2,5; 3—3; 4—3,5; 5—4; 6—5; 7—6; 8—7; 9— $\infty$ ; б — отгонная часть

вода, выраженной в молярных процентах или долях единицы, или аналитическим методом по формулам (29) — (39).

На рис. 78, а приведены графики распределения концентраций спирта по теоретическим тарелкам концентрационной части колонны при различных числах флегмы и получении дистиллята концентрацией 96,2% об. = 94,13% мас. = 86,25% мол. (сплошные линии) и концентрацией 95,5% об. = 93,12% мас. = 84,11% мол. (пунктир) при работе колонн при атмосферном давлении. Полученный график позволяет быстро определять необходимое число теоретических тарелок в концентрационной части колонны в зависи-

мости от  $R$  и заданной концентрации питания  $X_1$ . Все кривые распределения концентраций спирта по тарелкам колонны слева переходят в вертикальные линии, которые характеризуют минимально допустимую концентрацию питания, ниже которой даже при бесконечно большом числе тарелок в концентрационной части колонны невозможно достичь заданной концентрации дистиллята. Минимально допустимая концентрация питания  $X_{1\text{мин}}$  зависит от  $R$ .

На рис. 79 дана зависимость  $X_{1\text{мин}}$  от  $R$  для концентрации  $X_D=96,2\%$  об. (сплошные линии) и  $X_D=95,5\%$  об. (пунктир). Из графика видно, что  $X_{1\text{мин}}$  увеличивается с уменьшением  $R$  и увеличением  $X_D$ .

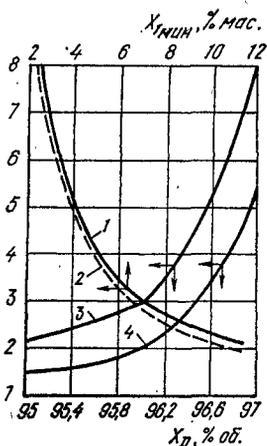
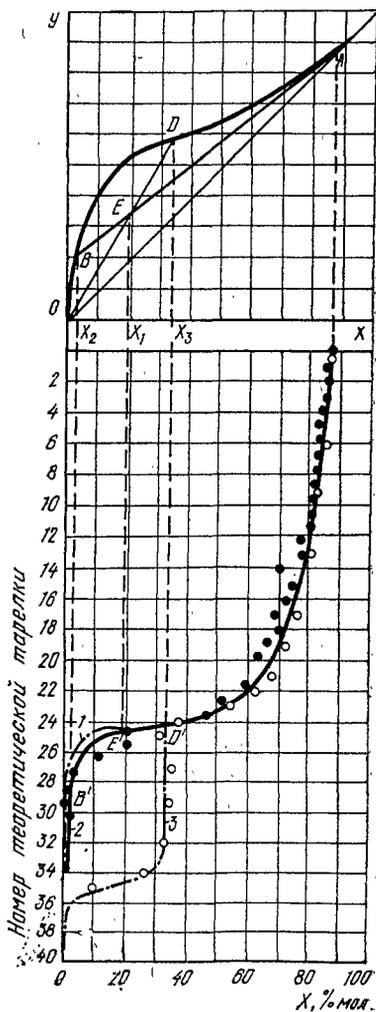


Рис. 79. Графики минимальной допустимой концентрации питания в зависимости от числа флегмы (1 и 2), минимального (4) и оптимального (3) числа флегмы в зависимости от концентрации дистиллята

Рис. 80. Распределение концентраций спирта ( $X$ , % мол.) по тарелкам спиртовой колонны в зависимости от условий ввода питания в колонну:

1 — нормальный ввод; 2 — низкий ввод; 3 — высокий ввод (светлыми кружками показана опытная колонна, темными — производственная)



На рис. 78, б представлен график распределения концентраций спирта по тарелкам отгонной части колонны в зависимости от соотношений жидкостного ( $L$ ) и парового ( $G$ ) потока (сплошные линии). Величина  $L/G$  является функцией от  $X_1$  и  $R$ . Число теоретических тарелок в отгонной части колонны определяется при условии, что содержание спирта в лютерной воде составляет 0,015% об. = 0,01% мас. = 0,004% мол.

Нормальным режимом работы спиртовой колонны (как полной ректификационной) считается такой, при котором концентрация спирта в питании (жидкая фаза) равна концентрации его во флегме, поступающей на тарелку питания. При таком режиме колонна должна иметь минимум тарелок для заданных условий разделения смеси. При условии поступления питания при температуре кипения концентрация питания  $X_1$  соответствует точке пересечения рабочей линии  $OD$  отгонной и  $AB$  концентрационной части колонны (верхняя часть рис. 80).

Для определения числа тарелок в отгонной части колонны при нормальном режиме работы следует на графике рис. 78, б найти точку пересечения заданной концентрации питания и числа флегмы. Из графика следует, что необходимое число теоретических тарелок в отгонной части колонны в значительной степени зависит от концентрации питания. Так, например, при  $R=3,5$  и  $X_1 \geq 20\%$  мол. число тарелок остается практически постоянным, а с понижением концентрации резко возрастает; при концентрации  $X_2 \leq 2,3\%$  мол. любое бесконечно большое число тарелок в отгонной части колонны не обеспечит заданного разделения смеси.

В практике работы спиртовых колонн нередки случаи, когда концентрация питания не совпадает с концентрацией флегмы, стекающей с вышележащей тарелки, т. е. когда питание вводится выше или ниже тарелки питания. В нижней части рис. 80 дан график распределения концентраций по тарелкам концентрационной части колонны (сплошная линия) и отгонной части (линия точка — тире) для числа флегмы  $R=3,5$  при трех различных способах ввода питания. В первом случае питание  $X_1$  вводится на нормальную тарелку питания. Изменение концентрации спирта по тарелкам для отгонной части колонны изображено линией 1 от точки  $E'$ . Во втором случае питание вводится выше нормальной тарелки питания, распределение концентраций для отгонной части колонны изображено линией 3 от точки  $D'$ . И в третьем случае, когда питание вводится ниже нормальной тарелки питания, распределение концентрации для отгонной части колонны изображено линией 2 от точки  $B'$ .

Точки  $B$  и  $D$  на диаграмме  $X—Y$  характеризуют предельные концентрации жидкости на тарелке питания при вводе питания соответственно ниже или выше нормальной тарелки питания. В обоих случаях суммарное число тарелок в колонне будет больше, чем при подаче питания на нормальную тарелку питания.

В нижней части рис. 80 нанесены точки по данным, полученным при испытании опытной спиртовой колонны при разделении

бинарной смеси этиловый спирт — вода ( $R=3,5$  и КПД тарелок  $\eta=0,6$ ). Из графика видно, что теоретический характер распределения концентраций по тарелкам хорошо совпадает с практическим. Там же нанесены опытные данные, полученные при испытании заводской установки. Средний КПД тарелок во втором случае определен равным 0,47. Исходя из того, что большинство опытных точек в концентрационной части колонны располагается левее теоретической кривой, можно заключить, что колонна испытывалась при  $R > 3,5$ . В обоих случаях имеет место ввод питания ниже нормальной тарелки питания. Для поддержания нормального режима работы спиртовой колонны по питанию необходимо, чтобы концентрация питания была равна концентрации жидкости на тарелке питания, что может быть определено по сопоставлению температур в кубе элюационной колонны и на тарелке питания спиртовой колонны с поправкой на разность давлений в этих точках.

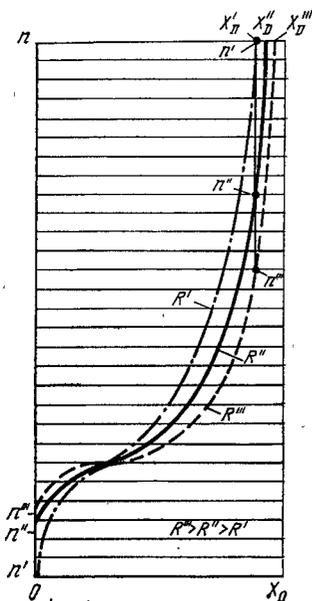


Рис. 81. Характер распределения концентраций спирта по тарелкам в зависимости от величины  $R$ :

$n'$ ,  $n''$ ,  $n'''$  — число тарелок;  
 $X_D'$ ,  $X_D''$ ,  $X_D'''$  — концентрация дистилята

в кубовом остатке  $X_0$  требуется меньшее число тарелок, а при постоянном числе тарелок с увеличением  $R$  повышается концентрация спирта в дистиляте и уменьшается его содержание в кубовом остатке. Из графика видно, что в зоне, прилегающей к тарелке питания, наблюдается резкое изменение концентраций спирта на тарелках, и особенно с увеличением  $R$ .

### Величина избытка флегмы

Из рис. 78 следует, что распределение концентраций спирта по тарелкам зависит от  $R$ . При расчете колонн важно выбрать оптимальное значение его  $R_{\text{опт}}$ . До последнего времени число флегмы обычно выбирали на основе практических данных.

Для условий брагоректификации И. Ф. Малезиком совместно с автором определено  $R_{\text{опт}}$  по методике, предложенной А. Н. Плавновским.

При расчете  $R_{\text{опт}}$  для спиртовой колонны были приняты следующие исходные данные по содержанию спирта: в остатке  $X_0 = 0,015\% \text{ об.} = 0,0047\% \text{ мол.}$ ; в элюате, поступающем на тарелку питания спиртовой колонны,  $X_1 = 45\% \text{ об.} = 19,21\% \text{ мол.}$ ; в дистилляте  $X_D = 96,2\% \text{ об.} = 86,254\% \text{ мол.}$  Минимальное число флегмы определялось по формуле

$$R_{\text{мин}} = (X_D - B_{\text{макс}}) / B_{\text{макс}} = (86,254 - 25,9) / 25,9 = 2,33, \quad (94)$$

где  $B_{\text{макс}}$  — величина отрезка от начала координат до точки пересечения рабочей линии концентрационной части колонны (при  $R_{\text{мин}}$ ) с осью  $Y$  (ординатой),  $B_{\text{макс}}$  определено графически.

Для ряда значений чисел флегмы больше  $R_{\text{мин}} = 2,33$  определено положение рабочих линий, найдено число единиц переноса  $m$  и установлена зависимость между  $m$  и  $R$ . Расчетом определено, что минимальному объему колонны, который пропорционален произведению  $m(R+1)$ , соответствует  $R_{\text{опт}} = 3,24$ , следовательно, коэффициент избытка флегмы составит

$$\varepsilon = R / R_{\text{мин}} = 3,24 / 2,33 \approx 1,4.$$

Если исходить из минимума затрат на изготовление колонны и эксплуатационных расходов (пар и вода), то расчет показывает (рис. 82), что оптимальная величина избытка флегмы должна быть  $\varepsilon = 1,2 \div 1,25$ , однако при этом необходимо строить ректификационную колонну с 90—100 тарелками, что, по-видимому, нерационально, так как усложняется изготовление колонны, потребуется большая высота помещения ректификации, менее удобным будет обслуживание установки.

стоимость пара 2,5 руб./т, стоимость спиртовой колонны 25 000 руб. при производительности 2000 дал/сут, число тарелок в колонне  $N = 66$  или  $n = 33$  (при КПД  $\eta = 0,5$ ).

В практике расчета спиртовых колонн для спиртовой промышленности обычно принимается  $\varepsilon = 1,5$ , что увеличивает общие затраты на 15% против минимальных, зато колонны при этих условиях работают в более устойчивом режиме. В тех случаях, когда имеется возможность увеличить число тарелок в спиртовой колонне без значительных капи-

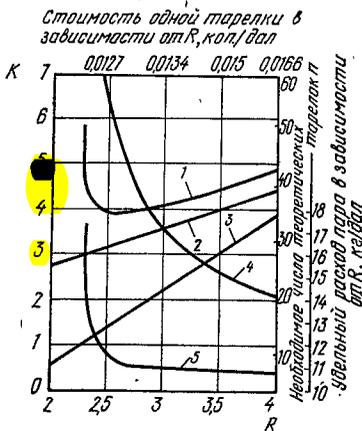


Рис. 82. К определению оптимальной величины избытка флегмы: 1 — суммарные затраты, коп./дал.; 2 — стоимость пара, коп./дал.; 3 — удельный расход пара, кг/дал.; 4 — необходимое число теоретических тарелок; 5 — амортизационные отчисления

тальных затрат на реконструкцию помещения, это делать целесообразно, так как снижается удельный расход пара, повышается производительность спиртовой колонны и снижаются общие затраты на проведение процесса ректификации.

Выше, на рис. 79 была дана зависимость числа флегмы от концентрации ректифицированного спирта. При расчете принято  $R_{\text{опт}} = 1,5 R_{\text{мин}}$ .

### Расчет расхода пара на спиртовую колонну

При расчете и нормировании спиртовых колонн важно знать зависимость расхода пара от числа флегмы и концентрации ректифицированного спирта (дистиллята). Наиболее достоверным методом расчета расхода пара (тепла) является составление теплового баланса.

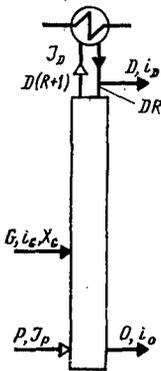


Рис. 83. Схема спиртовой колонны

На рис. 83 дана схема спиртовой колонны с указанием продуктовых потоков (в кг), где  $G$  — питание (элюарат),  $D$  — дистиллят (сумма ректифицированного и непастеризованного спирта),  $P$  — греющий пар,  $O$  — лютерная вода,  $R$  — число флегмы.

Через  $i$  (в кДж/кг) с соответствующими индексами обозначено теплосодержание продуктов в жидкой фазе, а через  $I$  — в паровой фазе.

Уравнение теплового баланса колонны:

$$P I_P + G i_G + R D i_D = (R + 1) D I_D + O i_O + Q_{\text{н}} \quad (95)$$

где  $Q_{\text{н}}$  — теплотери в окружающую среду и неучтенное тепло (пары сивушной фракции, догрев питания до температуры кипения).

При закрытом обогреве уравнение (95) относительно удельного расхода тепла может быть преобразовано в уравнение (96):

$$Q = 1,05 \left\{ \frac{X_{\text{Э}}}{X_D} [I_D (R + 1) - R i_D - i_w] + i_w - i_{\text{Э}} \right\}, \quad (96)$$

где  $Q$  — расход тепла на 1 кг введенного в колонну элюарата; 1,05 — коэффициент, учитывающий отвод тепла с сивушной фракцией и теплотери в окружающую среду;  $X_{\text{Э}}$  и  $X_D$  — соответственно концентрация спирта в элюарате и дистилляте, % мас.

Формула (96) применима при любых давлениях в колонне.

Расчеты показывают, что  $Q_{\text{н}}$  составляют  $\sim 420$  кДж на 1 кг дистиллята и распределяются следующим образом: теплотери в окружающую среду  $\sim 250$  кДж/кг; тепло, отводимое с сивушной фракцией,  $\sim 130$  кДж/кг; тепло на подогрев питания до температуры кипения  $\sim 40$  кДж/кг.

Решая уравнение (95) относительно  $P$ , получим

$$P = \frac{RD(I_D - i_D) + DI_D + (G - D)i_0 + Gi_G + Q_{\text{п}}}{I_P - i_D} \quad (97)$$

но  $I_D - i_D = r$  — скрытая теплота испарения, кДж/кг.

Примем теплосодержание греющего пара  $I_P = 2682$  кДж/кг (условный пар), теплосодержание лютерной воды  $i_0 = 440$  кДж/кг, что соответствует избыточному давлению в кубе колонны 0,025 МПа (2,5 м вод. ст.), тогда удельный расход пара, отнесенный к 1 кг дистиллята, составит (в кг/кг)

$$P = \frac{Rr}{2242} + \frac{I_D + G(1844 - i_0) - 84}{2242} \quad (98)$$

Из уравнения (98) следует, что удельный расход пара зависит от числа флегмы, концентрации дистиллята  $X_D$  и питания (эпюрата)  $X_1$ .

Предварительные расчеты показывают, что концентрация питания ( $X_c = 20 \div 50$  % об.) не оказывает существенного влияния на удельный расход пара. Значительно большее влияние оказывает концентрация дистиллята.

При постоянном значении  $X_c$  уравнение (98) преобразуется в уравнение прямой:

$$P = KR + B \text{ кг/кг}, \quad (99)$$

где  $K$  и  $B$  — постоянные, зависящие только от  $X_D$  (% об.):

$$K = 1,285 - 0,009X_D; \quad (100)$$

$$B = 1,707 - 0,012X_D. \quad (101)$$

Подставляя значения  $K$  и  $B$  в уравнение (99), получим

$$P = (1,285 - 0,009X_D)R - 0,012X_D + 1,707 \text{ кг на 1 кг дистиллята}. \quad (102)$$

Анализируя уравнение (102), можно сделать вывод, что удельный расход пара при постоянной концентрации дистиллята прямо пропорционален числу флегмы; с увеличением концентрации дистиллята удельный расход пара уменьшается при  $R = \text{const}$ , так как  $r$  и  $I_D$  [см. уравнение (98)] уменьшаются с повышением  $X_D$ . Однако при эксплуатации колонн с увеличением концентрации спирта в дистилляте требуется большой расход пара, так как при постоянном числе тарелок в колонне необходимо соответственно увеличивать число флегмы, а это требует большего удельного расхода пара, что вполне согласуется с формулой (102).

*Пример.* Определить удельный расход пара на 1 дал ректификованного спирта при следующих условиях работы колонны:  $X_D = 96,5$  % об.; непастеризованного спирта отбирается 5% от количества ректификованного спирта.

Примем, что концентрация непастеризованного спирта равна концентрации ректификованного. По уравнению (102) имеем

$$P = (1,285 - 0,009 \cdot 96,5) 4,7 - 0,012 \cdot 96,5 + 1,707 = 2,502 \text{ кг на 1 кг дистиллята}.$$

Число флегмы принято по рис. 79.

В 1 кг дистиллята на долю ректификованного спирта приходится  $100 \cdot 1:105 = 0,952$  кг, следовательно, удельный расход пара, отнесенный к 1 кг, ректификованного спирта, составит  $2,502 : 0,952 = 2,63$  кг/кг. При плотности дистиллята 0,805 кг/л удельный расход пара на 1 дал составит  $2,63 \times 0,805 \times 10 = 21,2$  кг.

Удельный расход пара на 1 дал спирта концентрацией 96,2% об. (при  $R = 3,5$ ) равен 18 кг, а при концентрации 95,5  $P = 13,8$  кг/дал ( $R = 2,5$ ).

В каждом случае принималось  $R = 1,5 R_{\text{мин}}$  для заданной концентрации спирта.

Полученные аналитические зависимости дают возможность легко определить удельный расход нормального пара в зависимости от основных параметров процесса ректификации и могут быть использованы при разработке средств автоматического регулирования, при нормировании и анализе работы спиртовых колонн. Выведенные уравнения справедливы как при закрытом, так и открытом обогреве колонны в пределах изменения  $X_1$  от 20 до 50% об. и  $X_D$  от 94 до 97,2% об.

### Определение производительности спиртовых колонн

В соответствии с Инструкцией по определению производственных мощностей спиртовых заводов (М., ЦНИИТЭИпищепром, 1975) мощность брагоректификационных установок определяется в зависимости от диаметра спиртовой колонны ( $D$ , м).

При выработке спирта высшей очистки мощность ( $M$ , дал/сут) определяется по уравнению

$$M = 55D^2 (26,6 - D^2). \quad (103)$$

Если колонна не типовая, а подвергалась модернизации (увеличено число тарелок), то

$$M = 380D^2 (4,92 - D). \quad (104)$$

При выработке спирта первого сорта производительность установки увеличивается на 15%, а при выработке спирта экстра — снижается на 15% по отношению к производительности по спирту высшей очистки.

Для пересчета на мощность по условному спирту-сырцу полученный результат умножается на коэффициент 1,05.

Производительность спиртовой колонны зависит от таких факторов, как сечение колонны, конструкция тарелок, величина межтарелочного расстояния, КПД и число тарелок, концентрация дистиллята, питания и др. Помимо этого на производительность колонны влияет целый ряд внешних факторов: величина поверхности и конструкция дефлегматора, температура флегмы, параметры греющего пара и др.

Исключив влияние внешних факторов, установим зависимость производительности колонны от основных размеров колонны и параметров процесса.

Объем пара, поднимающегося в колонне,

$$V = Fw, \quad (105)$$

где  $F$  — свободное сечение колонны, м<sup>2</sup>;  $\omega$  — допустимая скорость пара в свободном сечении колонны, м/с.

Для определения  $\omega$  предложен ряд формул, однако для спиртовых колонн, оснащенных многоколпачковыми тарелками, наиболее удовлетворительные результаты дает формула Киршбаума (53).

Для спиртовых колонн конструкции Гипропищепрома-2 расстояние между тарелками ( $H$ ) колеблется в пределах 170—230 мм.

Плотность пара по высоте колонны резко меняется. В нижней части колонны она равна 0,7 кг/м<sup>3</sup>, а в верхней (в зоне максимальной концентрации спирта) 1,4—1,75 кг/м<sup>3</sup>.

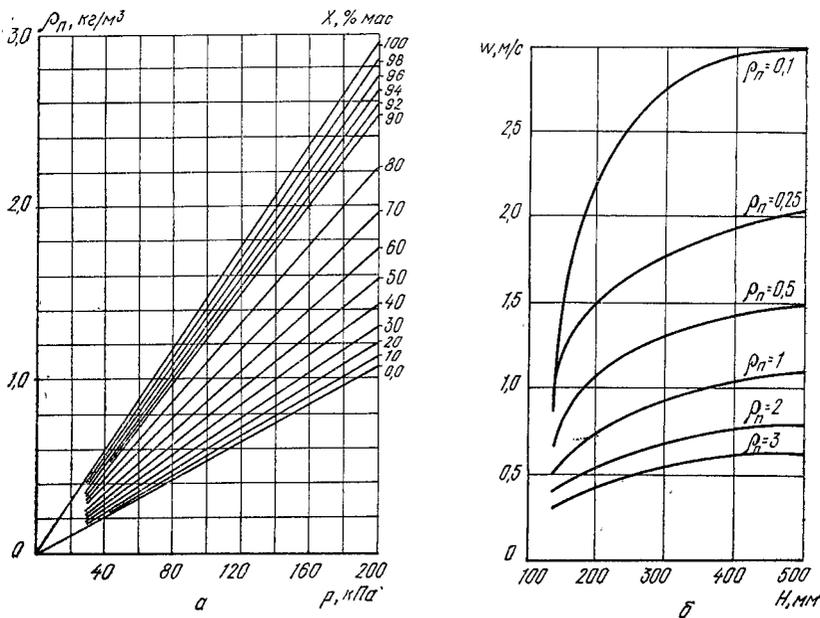


Рис. 84. Плотность спирто-водного пара  $\rho_n$  в зависимости от давления  $p$  (а); допустимая скорость пара в свободном сечении колонны  $\omega$  в зависимости от межтарелочного расстояния  $H$  (б)

Плотность пара зависит от концентрации дистиллята  $X_D$  и давления в верхней части колонны  $p$ . Такая зависимость на основании справочных данных представлена в виде графика (рис. 84, а). На рис. 84, б приведена зависимость  $\omega = f(\rho_n, H)$  по данным Киршбаума.

На образование дистиллята расходуются только часть парового потока, прошедшего через колонну. Масса дистиллята (в кг/с) составит

$$D = V\rho_n/(R + 1). \quad (106)$$

Подставив значение  $V$  из уравнения (105), получим

$$D = F\omega_{\text{пл}}/(R + 1). \quad (107)$$

Число флегмы колонны в значительной степени зависит от  $X_D$  и числа тарелок  $n$ . На рис. 79 была показана зависимость  $R_{\text{опт}} = f(X_D)$ . Ею следует пользоваться при проектировании колонн. Для существующих колонн  $R$  является функцией от  $n$  при заданном значении  $X_D$ . Такая зависимость для  $X_D = 95,5\%$  об. (пунктир) и  $96,2\%$  (сплошные линии) с учетом влияния концентрации

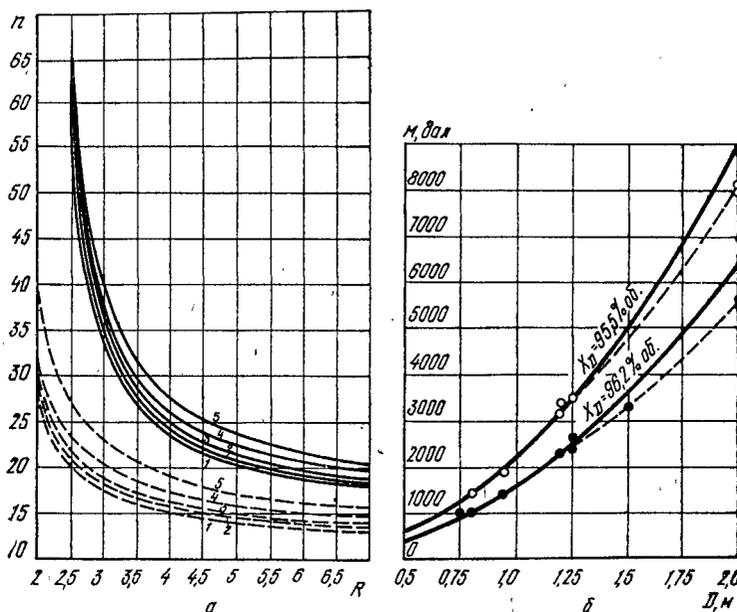


Рис. 85. К расчету производительности спиртовых колонн:

$a$  — зависимость между  $n$  и  $R$  при  $X_1$  (в % мол.): 1 — 5; 2 — 10; 3 — 20; 4 — 40; 5 — 50;  
 $б$  — зависимость  $M$  (в дал/сут) от  $D$  колонны (в м)

питания ( $X_1$ ) дана на рис. 85,  $a$ , однако на нем вместо фактического числа тарелок  $N$  дано теоретическое число тарелок  $n$ . Как уже было сказано, для перехода от  $n$  к  $N$  необходимо знать КПД тарелок, который для практических расчетов применительно к спиртовым колоннам с многоколпачковыми тарелками конструкции Гипроцицепрома-2 может быть принят от 0,4 до 0,5 в зависимости от диаметра колонны.

Следует также учесть, что пастеризованный спирт из спиртовых колонн отбирается со второй, четвертой или шестой тарелки, а в ряде случаев и ниже (с 8—12-й), считая сверху, вследствие чего соответствующее число тарелок не участвует в концентрировании спирта-дистиллята. В связи с этим при расчете производительности колонн из общего числа тарелок следует вычитать

число тарелок выше места отбора. Так, для колонны с 74 тарелками следует брать в расчет 67, а с учетом  $\eta=0,5$  это составит 33,5 теоретических тарелок при условии, что спирт отбирается с восьмой тарелки.

Графическая зависимость на рис. 85, а  $R=f(n, X_1, X_D)$  дана для случая работы колонны в оптимальном режиме, т. е. при условии, что концентрация питания совпадает с концентрацией жидкости на тарелке питания. Содержание спирта в лютерной воде принято  $X_0=0,01\%$  мас. и  $X_D=95,5$  и  $96,2\%$  об.

В связи с тем что при работе колонны возможны некоторые отклонения от оптимального режима работы из-за нестабильности подачи питания, пара, воды и других причин, колонна должна обладать некоторым запасом мощности. Следует также учесть, что часть дистиллята (0,5—5%) возвращается в эшюрэционную колонну в виде непастеризованного спирта, поэтому фактическая производительность колонны по ректификованному спирту будет меньше количества дистиллята на величину непастеризованного спирта. В конечном счете формула для определения производительности спиртовых колонн (в дал/сут) будет иметь вид

$$M = 864 \cdot 10^6 \frac{K_1 K_2 F \omega \rho_{\text{п}} X_D}{\rho_D \cdot 10 \cdot 100 (R+1)} = 67\,824 K_1 K_2 \frac{D^2 \omega \rho_{\text{п}} X_D}{\rho_D (R+1)}, \quad (108)$$

где  $K_1$  — коэффициент, учитывающий отбор непастеризованного спирта,  $K_1 = 0,99 \div 0,95$ ;  $K_2$  — коэффициент стабильности работы установки;  $\rho_D$  — плотность дистиллята, кг/м<sup>3</sup>;  $D$  — диаметр колонны, м.

$K_1$  зависит от качества спирта, исходного сырья и принятого режима,  $K_2$  — от мощности и обеспеченности завода паром, водой, электроэнергией и от степени автоматизации установки.

Значение  $K_2$  можно принимать в пределах 0,98—0,90.

*Пример.* Определить производительность спиртовой колонны при выработке спирта концентрацией  $X_D=95,5\%$  об. и спирта высшей очистки ( $X_D=96,2\%$  об.) при следующих условиях:

$D = 1,25$  м;  $H = 170$  мм;  $p = 0,5$  м вод. ст. ( $4,9 \cdot 10^3$  Па);  $X_1 = 15\%$  мол. =  $38,4\%$  об.;  $N = 64$ ;  $\eta = 0,5$ .

Расчет. 1. При выработке спирта концентрацией 95,5% об. по рис. 84, а определяем  $\rho_{\text{п}}(P, X_D) = 1,515$  кг/м<sup>3</sup>; по рис. 84, б определяем  $\omega = f(\rho_{\text{п}}, H) = 0,574$  м/с; по рис. 85, а определяем  $R = f(n, X_D, X_1)$ . При  $\eta = 0,5$   $n = 64 \cdot 0,5 = 32$ , тогда  $R = 2$ . Плотность дистиллята определяем по таблице [21] в соответствии с  $X_D$ .

Примем:  $K_1 = 0,99$ ;  $K_2 = 0,98$ .

$$M = 67\,824 \cdot 0,99 \cdot 0,98 \frac{1,25^2 \cdot 0,574 \cdot 1,515 \cdot 95,5}{809,5 (2+1)} = 3516 \text{ дал/сут.}$$

или 2865 дал/сут на 1 м<sup>2</sup> сечения колонны.

2. При выработке спирта высшей очистки

$$M = 67\,824 \cdot 0,99 \cdot 0,98 \frac{1,25^2 \cdot 0,567 \cdot 1,535}{806,1 (3,3+1)} = 2480 \text{ дал/сут.}$$

или 2022 дал/сут на 1 м<sup>2</sup> сечения колонны.

Расчеты показывают, что при переходе с выработки спирта I сорта на выработку спирта высшей очистки производительность спиртовой колонны снижается примерно на 30 %.)

На рис. 85, б показана производительность спиртовых колонн в зависимости от диаметра: сплошными линиями — рассчитанная по формуле (108) при  $\eta=0,5$ , точками — достигнутая на передовых предприятиях. Из рассмотрения графика можно сделать вывод, что производительность фактическая и рассчитанная совпадают при значениях диаметров колонн до 1250 мм. При больших диаметрах расчетная производительность выше фактической. Это можно объяснить уменьшением КПД тарелок с увеличением диаметра колонны. Расчеты показывают, что КПД тарелок при диаметре 1500 мм падает до 0,45, а при диаметре 2000 мм — до 0,4, иногда даже до 0,37. При большом диаметре колонны на КПД тарелок оказывает большое влияние тщательность изготовления тарелок и монтажа колонны. В силу этого формула (108) не распространяется на колонны диаметром 2 м.

Немаловажно также и влияние дефлегматора на производительность колонны.

В настоящее время устанавливаются, как правило, горизонтальные дефлегматоры. Для них среднее значение коэффициента теплопередачи  $K=2095$  кДж/(м<sup>2</sup> · ч · К).

Примем, что в дефлегматоре отводится только тепло конденсации, тогда тепловая нагрузка на дефлегматор составит (в кДж/дал)

$$Q = 10 \cdot 0,8 (100/95) 922 (R + 1) 0,95 = 7376 (R + 1), \quad (109)$$

где 0,8 — плотность ректификованного спирта, кг/л; 95 — концентрация спирта, % мас.; 922 — теплота конденсации спирта, кДж/кг; 0,95 — коэффициент, учитывающий теплопотери в окружающую среду.

Если принять температуру воды на входе в дефлегматор 30°С и на выходе 70°С, то средняя логарифмическая разность температур будет равна 22°С. Для этих условий удельная площадь поверхности теплопередачи дефлегматоров (в м<sup>2</sup>/дал в час) составит

$$f = \frac{7376 (R + 1)}{2095 \cdot 22} = 0,16 (R + 1). \quad (110)$$

По удельной площади поверхности теплопередачи определяется необходимая поверхность дефлегматора, или его часовая производительность (в дал/ч и дал/сут):

$$M = F/f = F/0,16 (R + 1) = F/0,0067 (R + 1). \quad (111)$$

Сопоставляя результаты, полученные при расчете колонны и дефлегматора, находят элемент установки, определяющий ее производительность.

*Пример.* Определить производительность горизонтального дефлегматора с площадью поверхности теплопередачи 85 м<sup>2</sup>, установленного к спиртовой колонне. При выработке ректификованного спирта концентрацией  $X_D=95,5\%$  об. ( $R=2,0$ )

$$M = 85/0,16 (2 + 1) = 177 \text{ дал/ч} = 4250 \text{ дал/сут.}$$

При выработке спирта высшей очистки ( $R=3,3$ )  $M=123$  дал/ч=  
=2960 дал/сут.

Формула (108) дает возможность обоснованно подойти к нормированию работы спиртовых колонн с учетом основных факторов, влияющих на их работу, а формула (111) — к нормированию дефлегматоров.

В соответствии с инструкцией по определению мощностей спиртовых заводов необходимая площадь поверхности дефлегматоров спиртовых колонн определяется по спирту высшей очистки из уравнения  $M_r=36 F$  (для горизонтальных дефлегматоров) и  $M_v=25 F$  (для вертикальных дефлегматоров), где  $F$  — площадь поверхности теплопередачи дефлегматора (в  $m^2$ ). В случае малой мощности дефлегматора рекомендуется увеличить его площадь поверхности теплопередачи.

Ориентировочно производительность спиртовых колонн по спирту высшей очистки можно принимать в зависимости от их диаметра:  $M=1500 D$  дал/сут; при этом целесообразно устанавливать следующее число тарелок:

$$\text{при } D \leq 1,2 \text{ м } N = 66 \left( \frac{50}{16} \right);$$

$$\text{при } D = 1,4 \div 1,8 \text{ м } N = 74 \left( \frac{56}{18} \right);$$

$$\text{при } D = 2,0 \text{ м } N = 82 \left( \frac{62}{20} \right).$$

Если в колонне установлено 66—70 тарелок, то при  $D=1,4 \div 1,8$  м  $M=1400D^2$ ; при  $D=2,0$  м  $M=1250D^2$ .

При переработке бражек, содержащих метанол, концентрационную часть спиртовой колонны целесообразно увеличивать на 6—10 тарелок, особенно при выработке спирта экстра. Эти тарелки устанавливаются выше принятой зоны отбора спирта.

### Влияние концентрации питания на производительность спиртовой колонны

Практика эксплуатации непрерывнодействующих ректификационных установок показывает, что с изменением концентрации спирта в эюрате в значительной мере изменяется производительность спиртовой колонны. Выявим количественную зависимость между производительностью спиртовой колонны и концентрацией спирта в эюрате, поступающем на питание колонны.

Исходя из схемы движения масс в колонне (рис. 86, а), составим материальный баланс по спирту:

$$MX_1 = DX_D + OX_0, \quad (112)$$

где  $M$ ,  $D$ ,  $O$  — количество эюрата, дистиллята и кубового остатка, кг/ч;  $X_1$ ,  $X_D$ ,  $X_0$  — содержание спирта в эюрате, дистилляте и кубовом остатке, % мас.

Содержание спирта в дистилляте мы всюду принимали равным 96,2% об.=94,13% мас.

При эксплуатации колонны стремятся к тому, чтобы ее производительность  $DX_D$  с изменением  $X_1$  оставалась постоянной. Так

как величина  $X_0$  практически равна нулю,  $DX_D = MX_1$ . По техническим условиям  $X_D = \text{const}$ , следовательно, при постоянной производительности ( $D = \text{const}$ ) с изменением  $X_1$  будет меняться только  $M$ .

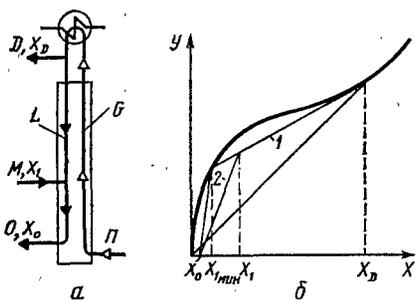


Рис. 86. К определению влияния концентрации питания на режим работы колонны:

*a* — схема движения потоков в колонне; *б* — положение рабочих линий с изменением концентрации питания: 1 — рабочая линия концентрационной части колонны; 2 — то же, отгонной

При расчете на 1 кг вводимого в колонну спирта  $M = 1/X_1$ .

Производительность колонны с переменной концентрацией питания при  $X_D = \text{const}$  постоянна только при числе флегмы  $R = L/G = \text{const}$ . Однако необходимое число теоретических тарелок  $n$  в колонне зависит от  $X_1$  (рис. 86, б). При этом величина парового потока в концентрационной части колонны, а следовательно, и расход пара на ректификацию постоянны, как и отношение жидкостного и парового потоков  $L/G$ .

В отгонной части колонны  $n$  изменяется от  $\infty$  при  $X_{\text{мин}}$  до конечного значения при любом значении  $X_1 > X_{1\text{мин}}$ , а в концентрационной части соответственно от  $\infty$  при  $X_{1\text{мин}}$  до 0 при  $X_1 = X_2$ .

Из уравнения рабочей линии концентрационной части колонны  $Y = RX/(R+1) + X_D/(R+1)$  следует, что определенному значению  $R$  соответствует определенное  $X_{1\text{мин}}$ , ниже которого любое  $n$  в отгонной и в концентрационной частях не обеспечит необходимой степени концентрирования или извлечения спирта (график зависимости  $X_{1\text{мин}}$  от  $R$  см. на рис. 79).

На рис. 87, а показана зависимость числа теоретических тарелок в отгонной  $n_o$  и в концентрационной  $n_k$  частях от  $X_1$  и  $R$ . Суммарное число тарелок в колонне с увеличением концентрации питания уменьшается. В выбранном диапазоне  $X_1$  (15–60% об.) зависимость  $n$  от  $R$  резко выражена при малых концентрациях питания.

В существующих установках  $n$  постоянно, поэтому с изменением  $X_1$  приходится менять  $R$ , чтобы сохранить заданные значения  $X_D$  и  $X_0$ , а это влияет на производительность колонны (см. рис. 87, б).

Из рисунка следует, что изменение  $X_1$  более резко сказывается на работе отгонной части колонны. Так, при снижении  $X_1$  с 40 до 20% об. производительность колонны (считая по отгонной части) уменьшается примерно на 40%. Сравнительно стабильной зоной производительности при выбранных значениях  $R$  является  $X_1 = 50 \div 60\%$  об. При этих значениях  $X_1$  с изменением концентрации питания производительность колонны практически остается неизменной.

Для стабилизации производительности колонны с изменением  $X_1$  необходимо иметь значительный запас тарелок в ее отгонной части, и тем больший, чем меньше  $R$ . Так, при  $R=3$  с понижением концентрации питания от 30 до 15% об.  $n$  в отгонной части должно увеличиться с 5,4 до 8,3, т. е. на 54%, а в концентрационной — с 32,7 до 33,5, или на 2,5%.

При проектировании колонны предусматривается определенный запас тарелок, но при эксплуатации ее с уменьшением  $X_1$  производительность чаще всего резко падает, так как при уменьшении  $X_1$  обычно не меняют режима работы колонны, в то время как его следует поддерживать таким, чтобы сохранить условия, обеспечи-

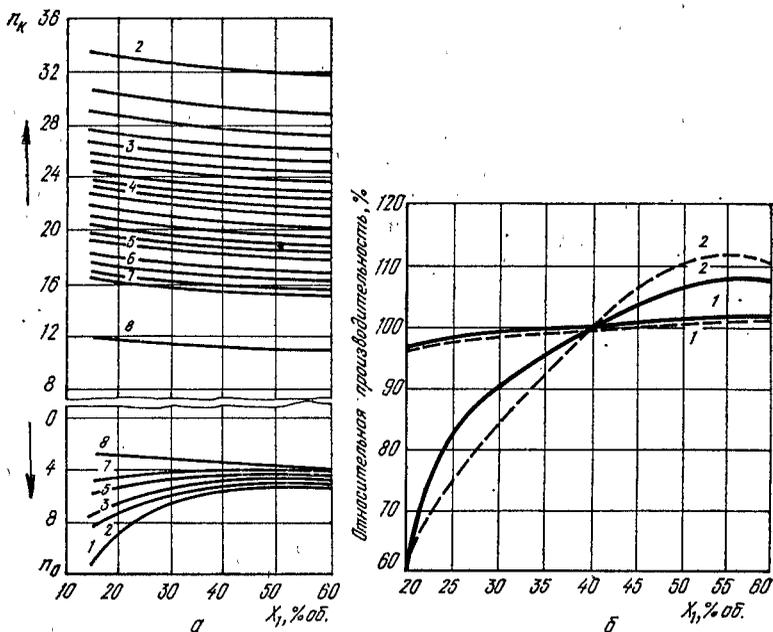


Рис. 87. Необходимое число теоретических тарелок ( $n$ ) и производительность колонны (в %) в зависимости от концентрации спирта в питании:  
 а —  $n=f(X_1)$  при  $R$ : 1 —  $R_{\text{мин}}=2,2$ ; 2 — 3; 3 — 3,5; 4 — 4; 5 — 5; 6 — 6; 7 — 7; 8 —  $\infty$ ;  
 б —  $M=f(X_1)$  при  $R=3,5$  (сплошная линия) и  $R=4$  (пунктир): 1 — концентрационная часть; 2 — отгонная

вающие работу колонны при  $R=\text{const}$  для отгонной и концентрационной частей. С уменьшением  $X_1$  необходимо изменять режим работы колонны так, чтобы на тарелке питания была концентрация, соответствующая  $X_1$ . За этим можно следить по температуре кипения на тарелке питания. Одновременно с изменением температуры на тарелке питания изменяется и температура на тарелках, расположенных ниже, в зоне отбора сивушного масла. Эта зона передвигается в зависимости от величины  $X_1$ . Для определе-

ния температуры кипения на тарелке питания следует пользоваться **зависимостью**

$$t_{\text{шт}} = t_0 + 2,5(p_0 - p_0), \quad (113)$$

где  $t_0$  — температура в кубе элюэционной колонны, °С; 2,5 — изменение температуры кипения спиртовых растворов с изменением давления на 1 м вод. ст.;  $p_0$  и  $p_0$  — соответственно давление на тарелке питания спиртовой и в кубе элюэционной колонны, м вод. ст.

### Определение фактического числа флегмы

Число флегмы входит во многие расчетные уравнения. В производственных условиях определить его непосредственным замером довольно трудно, так как это связано с необходимостью измерения количества флегмы или спирто-водного пара, поступающего из колонны в дефлегматор, и количества неастиризованного спирта, отводимого в элюэционную колонну. С достаточной для практических целей точностью число флегмы может быть определено на основании температурных режимов холодильника спирта, конденсатора и дефлегматора колонны.

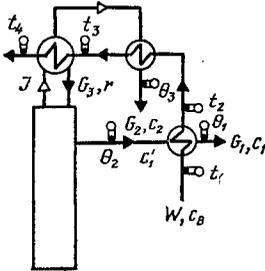


рис. 88. К определению числа флегмы спиртовой колонны

В производственных условиях всегда известно часовое количество вырабатываемого спирта  $G_1$  (рис. 88). Из уравнения теплового баланса холодильника имеем (кг/ч)

$$W = \frac{G_1(\theta_2 c_1' - \theta_1 c_1)}{c_B(t_2 - t_1)}, \quad (114)$$

где  $c_1$  и  $c_B$  — соответственно удельная теплоемкость ректификованного спирта и воды;  $\theta$  и  $t$  — температуры, °С.

Из уравнения теплового баланса конденсатора имеем (в кг/ч)

$$G_2 = \frac{W c_B(t_3 - t_2)}{I - \theta_3 c_2}, \quad (115)$$

где  $I$  — теллосодержание спиртового пара.

Уравнение теплового баланса дефлегматора дает основание определить (в кг/ч)

$$G_3 = [W c_B(t_4 - t_3)]/r. \quad (116)$$

На основании полученных величин легко определяется число флегмы:

$$R = (G_3 - G_1)/(G_1 + G_2). \quad (117)$$

Пользуясь данной методикой, определим число флегмы спиртовой колонны, работающей при следующих условиях:

а) производительность колонны 290 дал безводного спирта в час при концентрации ректификованного спирта 95,6% об. = 93,27% мас.;

б)  $t_1 = 16,5^\circ\text{C}$ ;  $t_2 = 19,5^\circ\text{C}$ ;  $t_3 = 20,0^\circ\text{C}$ ;  $t_4 = 72,5^\circ\text{C}$ ;

в)  $\theta_1 = 17,4^\circ\text{C}$ ;  $\theta_2 = 78,5^\circ\text{C}$ ;  $\theta_3 = 26,5^\circ\text{C}$ .

По справочным таблицам [21] находим:

$$c_1 = 2,68 \text{ кДж/кг}\cdot\text{К}; \quad c_1' = 3,48 \text{ кДж/кг}\cdot\text{К}; \quad c_2 = 2,77 \text{ кДж/кг}\cdot\text{К};$$

$$r = 955 \text{ кДж/кг}; \quad I = 1802 \text{ кДж/кг}; \quad c_B = 4,19 \text{ кДж/кг}\cdot\text{К}.$$

Часовая выработка ректификованного спирта

$$G_1 = \frac{290 \cdot 10 \cdot 0,8 \cdot 100}{93,27} = 2490 \text{ кг/ч}.$$

Из уравнения (114) имеем

$$W = \frac{2490 (78,5 \cdot 3,48 - 17,4 \cdot 2,68)}{4,19 (19,5 - 16,5)} = 44\,850 \text{ кг/ч}.$$

Из уравнения (115)

$$G_2 = \frac{44\,850 (20 - 19,5) 4,19}{1802 - 26,5 \cdot 2,77} = 85,1 \text{ кг/ч}.$$

Из уравнения (116)

$$G_3 = \frac{44\,850 (72,5 - 20) 4,19}{955} = 10\,720 \text{ кг/ч}.$$

Из уравнения (117) получим

$$R = (10\,720 - 2490) : (2490 + 85,1) = 3,19.$$

При данном числе флегмы удельный расход пара составит

$$P = (1,285 - 0,009X_D) R - 0,012X_D + 1,707 = (1,285 - 0,009 \cdot 95,6) 3,19 - 0,012 \cdot 95,6 + 1,707 = 1,914 \text{ кг на 1 кг дистиллята}.$$

Часовое количество дистиллята

$$G_1 + G_2 = 2490 + 85,1 = 2575,1 \text{ кг}.$$

Часовой расход пара

$$P' = 2575,1 \cdot 1,914 = 4935 \text{ кг}.$$

Расход пара на 1 дал ректификованного спирта (в пересчете на безводный спирт)

$$P'' = 4935/290 = 17 \text{ кг}.$$

Отбор неастиризованного спирта

$$(85,1 \cdot 100)/2490 = 3,4 \text{ \%}.$$

При полученной концентрации спирта в дистилляте колонна должна работать с  $R_{\text{опт}} = 2,55$  ( $R_{\text{мин}} = 1,65$ , см. рис. 79). Таким образом, она работает с избытком флегмы  $\varepsilon = 3,19/1,65 = 1,93$  вместо рекомендуемого  $\varepsilon = 1,5$ .

Рассмотренная методика определения числа флегмы дает возможность проводить оперативный анализ работы спиртовой колонны и не требует наличия сложных расходомерных устройств.

## Распределение концентраций примесей по высоте спиртовой колонны и условия их выделения

Вместе с элюратом в спиртовую колонну поступают концевые, хвостовые и промежуточные примеси. При недостаточной элюрации поступает и некоторое количество головных примесей.

Хвостовые примеси в основном представлены высококипящими кислотами, сложными эфирами, спиртами, альдегидами. Они полностью переходят в лютерную воду и почти не поднимаются выше тарелки питания. К числу хвостовых примесей следует отнести и воду.

К промежуточным примесям относятся: группа спиртов сивушного масла (изоамиловый, изобутиловый, *n*-пропиловый и др., вплоть до гексилового), некоторые органические кислоты, сложные эфиры, азотистые и сернистые соединения.

Головные примеси, как правило, включают эфиры и альдегиды.

При тщательной элюрации в ректификованном спирте альдегидов практически нет, а в непастеризованном спирте их содержится не более 30 мг/л. Содержание эфиров в спирте высшей очистки обычно не бывает ниже 10 мг/л и, как правило, держится на уровне 15—25 мг/л. По всей видимости, некоторое количество эфиров промежуточного характера и головных образуется в колонне или переходит из элюрационной колонны вместе с элюратом.

Чтобы уяснить режим отбора головных и концевых примесей с непастеризованным спиртом и промежуточных примесей, рассмотрим характер распределения их по высоте спиртовой колонны.

На рис. 89 показан примерный график распределения концентрации этилового спирта 1, головных 2, верхних 3 и нижних 4 промежуточных примесей по высоте спиртовой колонны (включая дефлегматор и конденсатор).

Предварительно проведем теоретический анализ распределения концентраций промежуточных примесей по высоте спиртовой колонны и определим условия их выделения.

Так как значения рабочего числа флегмы  $R$  для колонны, работающей при атмосферном давлении, колеблются в пределах 3—4, то для концентрационной части колонны  $L/G = R/(R+1)$  и составляет 0,75—0,8. Для отгонной части колонны  $L/G$  зависит от концентрации спирта в элюрате и обычно равно 1,75—2.

Для колонн, работающих под разрежением, число флегмы колеблется в пределах 2—2,5. При этих условиях для концентрационной части колонны  $L/G = 0,67 \div 0,71$ , а для отгонной  $L/G = 2,5—3$ .

На рис. 90 дан пример графического расчета распределения концентраций промежуточных примесей по тарелкам спиртовой колонны: в верхней части рисунка — концентрационной, а в средней — отгонной. В связи с тем что концентрация спирта резко изменяется, расчет ведут от тарелки к тарелке. В нижней части рисунка приведен график распределения промежуточной примеси в

координатах: номер теоретической тарелки — концентрация промежуточной примеси  $\alpha$ , построенный на основании графического расчета.

Анализируя верхний график, следует отметить, что рабочая линия концентрационной части спиртовой колонны при расчете движения примесей пересекает диагональ диаграммы  $\alpha$ — $\beta$  в точке  $\alpha_D = \beta_D$  (точка А); промежуточная примесь накапливается на та-

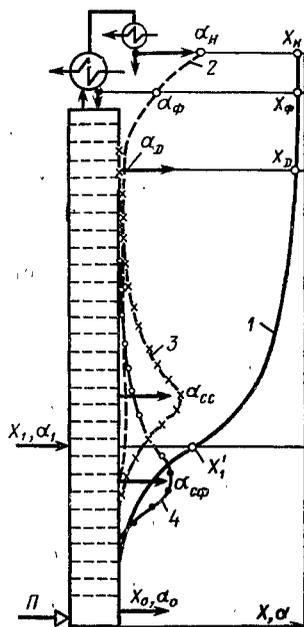
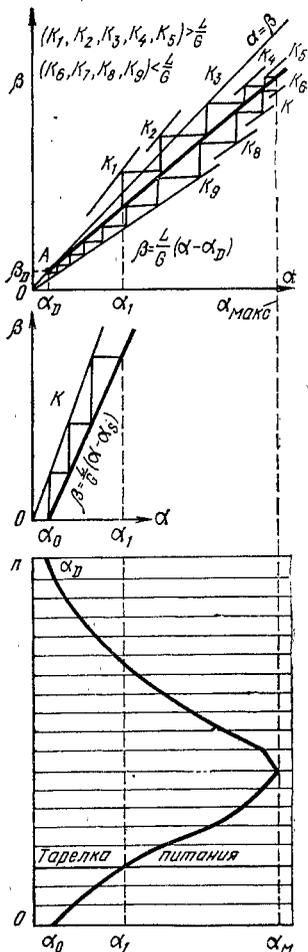


Рис. 89. Примерный график распределения концентраций этилового спирта и его примесей по высоте колонны

Рис. 90. Характер движения промежуточной примеси в колонне при различных соотношениях  $L$  и  $G$



релках концентрационной части колонны до тех пор, пока коэффициент испарения  $K > L/G$ ; если  $K < L/G$ , то концентрация примеси снижается при переходе на вышележащие тарелки; при  $K = L/G$  достигается точка максимального накопления примеси. На рис. 91 приведены коэффициенты испарения некоторых промежуточных примесей при концентрации спирта от 60% об. до азеотропной точки (97,2 об. %).

Из анализа приведенных кривых можно сделать вывод: только изовалерианоизоамиловый и уксусноизоамиловый эфиры имеют максимумы накопления в концентрационной части спиртовой колонны, причем для первого он приходится на концентрацию спирта ~ 70% об., для второго ~ 80% об. Чтобы исключить проникновение этих примесей в зону отбора ректификованного спирта, как показывают расчеты, необходимо выше зоны максимума их накопления иметь 12—13 теоретических (24—26 реальных) тарелок, а из зоны максимального накопления их отводить фракцию, обогащенную этими эфирами.

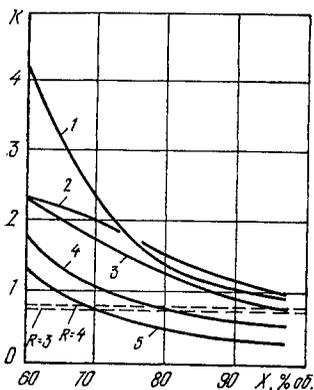


Рис. 91. Коэффициенты испарения верхних промежуточных примесей в зависимости от концентрации спирта:

1 — изомасляноэтиловый эфир; 2 — изопропанол; 3 — изовалерианоэтиловый эфир; 4 — уксусноизоамиловый эфир; 5 — изовалерианоизоамиловый эфир

Изомасляноэтиловый эфир и изопропанол будут вести себя как головные примеси, а для изовалерианоэтилового эфира максимум накопления будет при  $R > 3$ . С увеличением  $R$  зона концентрирования промежуточных примесей сдвигается в область меньшей концентрации спирта. Изомасляноэтиловый и изовалерианоэтиловый эфиры выделить в спиртовой колонне практически невозможно.

С понижением давления в спиртовой колонне максимум накопления промежуточных примесей уменьшается, зона концентрирования становится более растянутой, увеличивается как вверх по колонне, так и вниз. Зона максимального накопления верхних промежуточных примесей приближается к зоне отбора пастеризованного спирта.

С целью разрушения их при ректификации мелассного спирта широко практиковался ввод гидроксида натрия (NaOH) в спиртовую колонну. При этом улучшаются аналитические показатели спирта: понижается содержание эфиров в ректификованном спирте и увеличивается время его окисляемости, однако органолептические показатели спирта снижаются, так как освободившиеся при омылении сложных эфиров масляная, валериановая, пропионовая и другие кислоты в значительной мере ухудшают вкус и запах спирта.

Ю. Д. Сливой под руководством автора установлено, что при обработке спирта гидроксидом натрия возможно образование кронового альдегида. Помимо этого при введении гидроксида натрия в колонну выше тарелки отбора пастеризованного спирта (как это предусмотрено технологической инструкцией) спирт загрязняется гидроксидом натрия.

Наличие в спирте даже незначительного количества NaOH

резко искажает результаты его испытания по пробе на окисляемость. Содержание его в спирте можно определить либо методом пламенно-ионной фотометрии, либо по величине электропроводности или рН.

В том случае, когда в исходном продукте (бражке) много сложных промежуточных эфиров, их не удастся выделить даже при тщательной элюрации в полной элюрационной колонне, так как при  $R = \infty$  они становятся явными промежуточными примесями и переходят в значительной мере в элюрат.

Для вывода этого типа примесей с головной фракцией в элюрационной колонне необходимо создать такие условия, чтобы при любых концентрациях спирта по высоте колонны для них было  $K' > L/G$ .

При этих условиях возможно абсолютное извлечение примесей из элюрата и свободный переход их в головную фракцию. Эти условия могут быть созданы при элюрации с гидроселекцией или при элюрации в неполной отгонной колонне (без концентрационной части).

Теперь рассмотрим поведение основных компонентов сивушного масла. Опытные данные Б. Д. Метюшева о фазовом равновесии тройных систем этиловый спирт — вода — спирт  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$  показывают, что расположение зоны максимального концентрирования спиртов  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$  непостоянно и зависит от величины этого максимума. Так, например, изоамиловый спирт при концентрации его до 2% накапливается в зоне, где общее содержание летучих компонентов ~42% мас. При повышении концентрации до 10% максимум накопления сдвигается в зону, где общее содержание летучих ~15% мас.

С помощью графического метода анализа процесса очистки спирта от примесей автором проведен расчет распределения концентраций изоамилового спирта по высоте колонны при  $R=4$ ; для отгонной части колонны принято  $L/G=1,75$ . Результаты представлены на рис. 92. На основании рис. 92, а можно сделать вывод, что при постоянном содержании изоамилового спирта в кубе колонны (в лютерной воде) накопление примеси в зоне максимума с понижением КПД тарелок остается почти на одном уровне (30—40%), но зона накопления становится более широкой (охватывает большее число тарелок). Из графиков также видно, что содержание примеси в паровой фазе выше, чем в жидкой, при одинаковом содержании спирта. Это дает основание предположить, что отбор сивушного масла целесообразно вести из паровой фазы как из зоны максимального накопления, так и ниже ее. К тому же качество паровой фазы с точки зрения ее последующего разделения за счет водной экстракции в маслопромывателе значительно выше, чем жидкой.

С уменьшением допустимой концентрации изоамилового спирта в лютерной воде максимум накопления его как в паровой, так и в жидкой фазе уменьшается, а место расположения максимума поднимается вверх по колонне (рис. 92, б). Таким образом, боль-

шое накопление сивушного масла в колонне, как правило, связано со значительными потерями его в лютерной воде, если не предусмотреть сдвига зоны накопления на вышележащие тарелки или увеличения числа тарелок в отгонной части колонны.

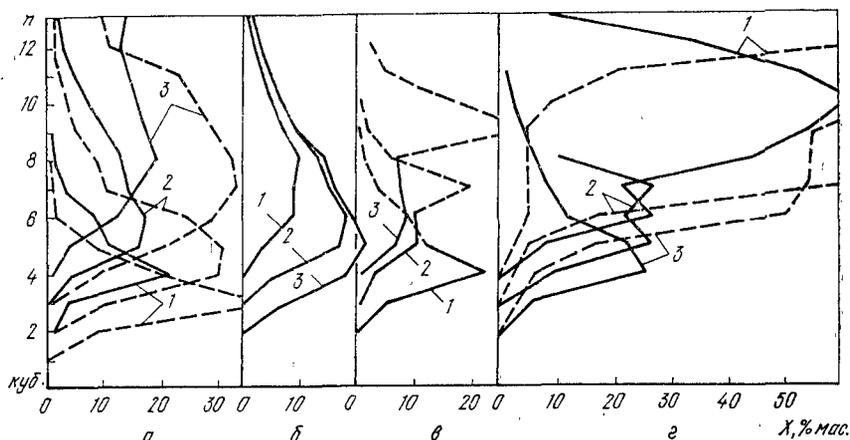


Рис. 92. Графики распределения изоамилового спирта по тарелкам спиртовой колонны:

*а* — при различном значении КПД тарелок: 1 — 1; 2 — 0,5; 3 — 0,3 (пунктир — в паре, сплошная линия — в жидкости); *б* — при различном содержании изоамилола в лютерной воде, % мас.: 1 —  $10^{-2}$ ; 2 —  $10^{-3}$ ; 3 —  $10^{-4}$ ; *в* — при различных концентрациях эпората: *X*, % мас.: 1 — 37; 2 — 18; 3 — 10; *г* — при различных условиях ввода питания (сплошная линия — изоамилол, пунктир — этанол)

Распределение примесей по высоте колонны также изменяется с изменением концентрации спирта в питании. На рис. 92, *в* даны графики распределения концентраций изоамилола и этилового спирта по высоте колонны для трех различных концентраций питания. Зона максимума накопления изоамилола сдвигается вверх по колонне с понижением концентрации питания. Сплошными линиями дано распределение концентраций изоамилола и этанола в отгонной части колонны, а пунктирными — в концентрационной.

Если при концентрации питания 37 % мас. максимум накопления изоамилола находится на одну теоретическую тарелку ниже тарелки питания, то при питании 10%-ной жидкостью зона максимума накопления его поднимается на две теоретических тарелки выше тарелки питания.

В ряде случаев для изоамилола характерно наличие двух максимумов. Наличие второго (верхнего) обуславливается изменением соотношения  $L/G$  на стыке отгонной и концентрационной частей колонны. Рис. 93 наглядно поясняет образование второго максимума. Он имеет место в том случае, когда коэффициент испарения на тарелке питания  $K_{пит} > L/G$  для концентрационной части колонны.

Из этого же рисунка видно, что ход накопления примеси определяется не только коэффициентом испарения ( $K$ ), но и положением рабочей линии. Например, в отгонной части при  $L/G=5$ , несмотря на высокое значение  $K$  (4,5; 4,7), на седьмой и восьмой тарелках идет понижение концентрации изоамилола. В концентрационной части колонны накопление его может идти и при  $K < 1$ , но при условии, что  $K > L/G$ .

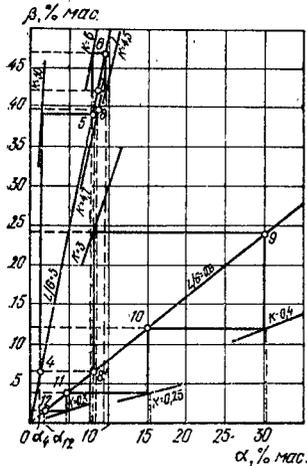


Рис. 93. Распределение концентраций изоамилола по тарелкам колонны на стыке отгонной и концентрационной частей колонны

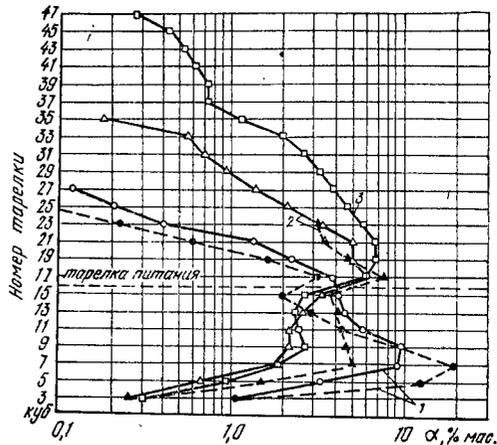


Рис. 94. Распределение высших спиртов по тарелкам колонны:

1 — изоамилол; 2 — изобутанол; 3 — пропанол

Представляет практический интерес сдвиг максимума накопления примесей с изменением загрузки колонны. На рис. 92, г представлен график изменения концентраций спирта по высоте колонны для случая нормального ввода питания 1, высокого 2 (колонна перегружена) и низкого ввода питания 3 (колонна разгружена).

Анализируя эти графики, можно сделать вывод, что при истощении колонны по этиловому спирту (низкий ввод питания) зона максимума содержания примеси находится выше тарелки питания, где идет интенсивное накопление изоамилола, и захватывает тарелки, на которых начинается интенсивное изменение концентрации этилового спирта.

Пользуясь экспериментальными данными Б. Д. Метюшева о фазовом равновесии системы этиловый спирт — вода — спирты  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$ , автором были проведены расчеты распределения концентраций изобутилового и пропилового спиртов (рис. 94). Поведение их в нижней части колонны аналогично поведению изоамилола, однако максимумы накопления их лежат выше и более расплыв-

чаты. Проанализировать детально поведение изобутанола и пропанола в концентрационной части колонны нет возможности из-за отсутствия данных о коэффициентах испарения их при высоких концентрациях спирта (вплоть до 95,5% мас.). Имеющиеся же данные о фазовом равновесии позволяют отметить следующее: изобутиловый спирт при содержании летучих компонентов 80% мас. имеет коэффициент испарения 0,9, следовательно, в зоне этих концентраций этанола изобутиловый спирт будет идти вверх при рабочих числах флегмы спиртовой колонны.

Дальнейшее поведение его определить невозможно, так как мы не располагаем данными о коэффициенте испарения его при высоких концентрациях этанола и концентрации изобутанола менее 2%.

Коэффициент испарения пропанола при концентрации этилового спирта 90,1% мас. равен 0,7. Это указывает на то, что пропанол при этой концентрации этанола и  $R < 2,3$  будет идти вверх по колонне.

В настоящее время в промышленности внедряются ректификационные установки, в которых спиртовые колонны работают под разрежением с низким значением числа флегмы ( $R = 2 \div 2,5$ ).

Предварительные расчеты показывают, что при таких значениях  $R$  зона промежуточных примесей получается растянутой и возникает опасность, с одной стороны, проникновения верхних промежуточных примесей в зону отбора пастеризованного спирта, что может снизить его качество, а с другой — сдвига нижних промежуточных примесей на нижние тарелки отгонной колонны, что увеличит потери сивушного масла.

Приведенные теоретические расчеты построены на предположении, что основные компоненты сивушного масла не оказывают влияния на коэффициент испарения этилового спирта, а коэффициенты испарения спиртов  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$  независимы один от другого.

Такое допущение вносит некоторые ошибки в расчеты, но качественные зависимости, по-видимому, отражает правильно, что подтверждается сопоставлением расчетных данных с экспериментальными.

На рис. 94 дано распределение концентраций изоамилового, изобутилового и пропилового спиртов в спиртовой колонне, полученное на основе отбора проб по высоте колонны и их газохроматографического анализа. Пунктирными линиями нанесено распределение концентраций изоамилового и изобутилового спиртов, полученное в результате теоретического расчета при  $R=4$  и КПД тарелок 0,3.

Сопоставление экспериментальных данных с теоретическими дает основание сделать вывод о качественной, а в ряде случаев и о количественной их аналогии.

При расчете величины отбора промежуточных примесей следует исходить из материального баланса. Обычно в составе фракции,

обогащенной промежуточными примесями, в экстрактор сивушного масла выводят из колонны около 1% всех летучих от количества их, вводимого в колонну. При наличии сивушной колонны отбор увеличивается до 3—10%. Если принять, что содержание компонентов сивушного масла в элюате составляет 0,3%, то при отборе в составе фракции 1% летучих концентрация компонентов сивушного масла в ней должна составлять ~30%. Такая концентрация возможна при отборе сивушной фракции из зоны максимума накопления примесей, в противном случае примесь пойдет или в спирт, или в лютерную воду.

При наличии сивушной колонны концентрация компонентов сивушного масла может быть меньшей. При этих условиях возможен отбор фракции даже из зоны, не совпадающей с максимумом накопления.

Если определять величину отбора промежуточных примесей по эфирам, отношение концентраций которых в зоне максимума накопления и в элюате примерно равно 10, то отбор промежуточной фракции должен составлять 10%. Однако практика показывает, что при отборе 1—3% возможно получение спирта высокого качества. Это дает основание предположить, что часть эфиров, поступающих с элюатом, носит хвостовой характер и уходит с лютерной водой.

Теперь рассмотрим выделение головных примесей в условиях спиртовой колонны. Головные примеси, по-видимому, частично поступают в спиртовую колонну с элюатом, а частично образуются в самой колонне. Наличие головных примесей не дает возможности отбирать ректификованный спирт из дефлегматора или конденсатора колонны, где достигается максимальная его концентрация.

Для отделения головных примесей пользуются или пастеризацией, или окончательной очисткой в специальной колонне (элюацией концентрированного спирта).

При пастеризации головные примеси концентрируются в первую очередь в конденсаторе, затем в дефлегматоре. Это может повысить содержание примесей на первой, второй и последующих тарелках. Но так как примеси непрерывно отводятся из зоны максимальной концентрации (из конденсатора) вместе с непастеризованным спиртом, то концентрирование их наблюдается только на самых верхних тарелках.

Если на тарелках поднимающийся пар находится в равновесии со стекающей флегмой и содержание примесей в нем равно  $\beta$ , то содержание их в жидкости составит  $\alpha = \beta/K'$ , где  $K'$  — коэффициент ректификации примеси. Следовательно, содержание головных примесей в жидкости в  $K'$  раз меньше содержания их в паре.

Анализируя процесс пастеризации, автор совместно с П. Л. Шияном установил, что при некоторых допущениях эффект пастеризации  $\lambda$  (степень очистки спирта) в основном зависит от коэффициента ректификации примеси ( $K'$ ) и числа флегмы ( $R$ ) и выра-

жается следующим уравнением:

$$\lambda = \frac{\alpha_3 - \alpha_{II}}{\alpha_3} = 1 - \frac{1}{R(K' - 1) + K'} \quad (118)$$

где  $\alpha$  и  $\alpha_{II}$  — содержание примеси соответственно в питании (эпюрате) и пастеризованном спирте.

С увеличением  $K'$  и  $R$  степень очистки спирта за счет пастеризации увеличивается.

При этом обязательным условием является наличие в колонне выше тарелки отбора пастеризованного спирта необходимого минимума теоретических тарелок ( $n$ ), который определяется по следующей зависимости между количеством дистиллята ( $D$ ), непастеризованного спирта ( $H$ ), а также  $R$  и  $K'$ :

$$n = \lg \{D/H [R(K' - 1) + K' - 1]\} / \lg K' \quad (119)$$

Чтобы определить оптимальные условия отбора пастеризованного и непастеризованного спирта, необходимо предварительно установить, какая примесь является ключевой (определяющей).

Допустим, что ключевой примесью является метанол (ректификованный спирт не выдерживает пробу по метанолу), для него в концентрированном спирте  $K' = 1,6$ . Если принять, что отбор непастеризованного спирта составляет 1%, то при  $R = 3,5$  необходимое количество теоретических тарелок выше места отбора спирта составит:

$$n = \lg \{100/1 [3,5(1,6 - 1) + 1,6 - 1]\} / \lg 1,6 = 12.$$

Учитывая, что укрепляющий эффект дефлегматора и конденсаторов равен примерно 2 ТТ, отбор пастеризованного спирта при наличии метанола необходимо производить примерно с (12—2): 0,5 = 20-й тарелки (где 0,5 — КПД тарелок), считая сверху колонны: если отбор непастеризованного спирта увеличить до 3%, то отбор пастеризованного следует производить с 14-й тарелки и соответственно при отборе 5% — с 10-й тарелки.

При этом эффект очистки спирта от метанола

$$\lambda = 1 - \frac{1}{3,5(1,6 - 1) + 1,6} = 0,73, \text{ или } 73 \%$$

Таким образом, можно сделать вывод, что при наличии метанола (что присуще зерно-картофельному спирту и особенно спирту, полученному из сахарной свеклы) необходимо отбирать пастеризованный спирт с 8—14-й тарелок. За счет пастеризации в этих условиях можно уменьшить концентрацию метанола в пастеризованном спирте по сравнению с его содержанием в эпюрате не более чем на 73%, или  $\alpha_3/\alpha_{II}$  в 3,7 раза<sup>1</sup>. Если такой очистки недостаточно, то следует устанавливать колонну окончательной очистки. Повышение концентрации спирта уменьшает коэффициент испаре-

<sup>1</sup> Аналогичные результаты дают более сложные зависимости, установленные В. Г. Артюховым, В. М. Перелыгиным и Ю. П. Богдановым.

ния почти всех головных примесей, а следовательно, ухудшает условия пастеризации, однако это ухудшение незначительно. Необходимость снижения зоны отбора пастеризованного спирта в свою очередь, естественно, вызывает необходимость соответственно увеличивать общее число тарелок в спиртовой колонне, что особенно важно при выработке спирта экстра.

Важными технологическими факторами являются как выбор места отбора пастеризованного спирта, так и количество отбираемого непастеризованного спирта.

Увеличение отбора непастеризованного спирта снижает производительность спиртовой колонны, а снижение отбора повышает содержание головных примесей в непастеризованном спирте и вызывает необходимость смещать место отбора пастеризованного спирта вниз по колонне. Увеличивая число тарелок между дефлегматором и местом отбора пастеризованного спирта, можно соответственно уменьшить отбор непастеризованного спирта.

При тщательной эюрации удастся получить стандартный спирт высшей очистки при отборе непастеризованного спирта 0,5% и менее. Это говорит о том, что новообразование головных примесей в спиртовой колонне ничтожно. В практике всегда следует стремиться вести процесс ректификации в спиртовой колонне так, чтобы количество погона из фонаря конденсатора спиртовой колонны было равно количеству отбираемого непастеризованного спирта. Легко рассчитать, что в этом случае при минимуме отбора непастеризованного спирта отводится максимум головных примесей в наиболее концентрированном виде.

Практика показывает, что пастеризация играет важную роль при очистке спирта от метанола. Выделение основного количества метанола осуществляется в эюрационной колонне (при расходе пара на эюрацию 15 кг/дал и более), однако значительное его количество попадает вместе с эюратом в спиртовую колонну.

### **Экспериментальные исследования процессов, происходящих в спиртовой колонне**

В настоящее время спиртовые колонны ректификационных установок детально исследованы сотрудниками УкрНИИСПа и КТИППа.

На рис. 95 даны графики распределения этилового спирта и его примесей в спиртовой колонне по данным УкрНИИСПа. Автором экспериментально изучен характер распределения примесей по высоте спиртовой колонны как на опытной брагоректификационной установке, так и в заводских условиях, причем получены аналогичные результаты.

Сивушное масло имеет явно промежуточный характер с максимумом накопления в зоне тарелки питания. В отдельных опытах отмечено наличие двух максимумов, что обусловлено подачей питания на тарелку, расположенную между максимумами (см. с. 182).

Чтобы убедиться в достоверности теоретических представлений

Атомистые соединения, медл

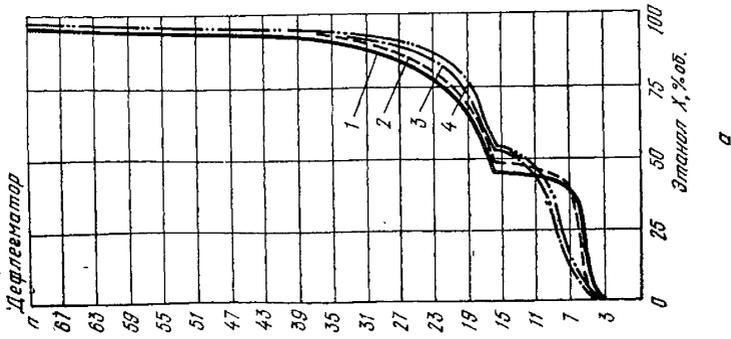
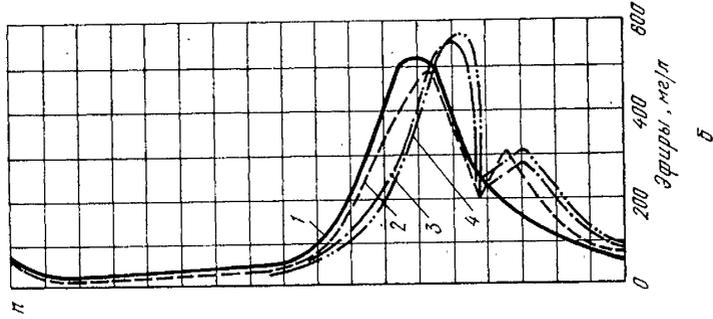
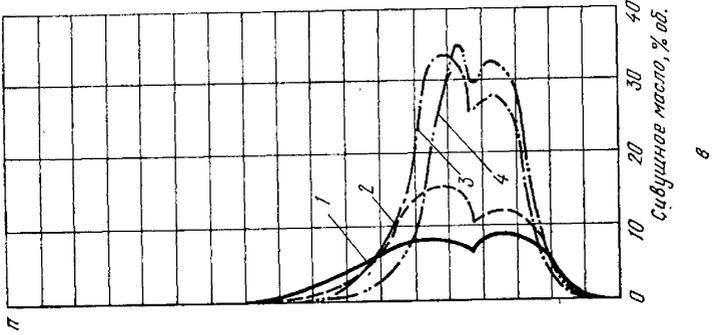
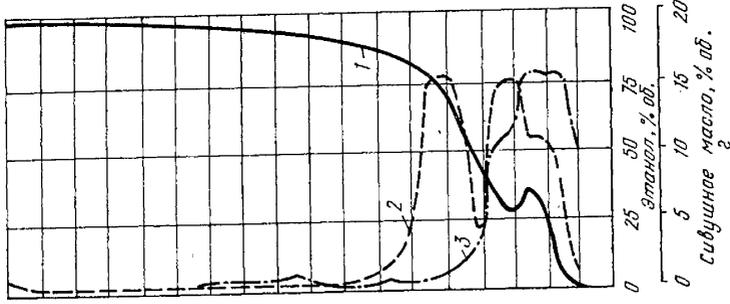


Рис. 95. Распределение этилового спирта (а), эфиров (б), сливочного масла (в и г) по высоте спиртовой колонны (по данным УкрНИИСПа):

о причинах образования двух максимумов накопления сивушного масла по высоте спиртовой колонны, было проведено изучение распределения сивушного масла при прекращении подачи питания (колонна работала «на себя» при  $R = \infty$ ), в результате которого выявлено, что сивушное масло концентрируется в одной зоне, т. е. в соответствии с теоретическим представлением.

Незначительное накопление альдегидов наблюдается в зоне тарелки питания, в конденсаторе и дефлегматоре. Видимое концентрирование в зоне тарелки питания может быть и ложным, так как наличие значительного количества других примесей в этой зоне (эфиры, азотистые соединения и др.) может искажать результаты анализа.

Поскольку до настоящего времени нет четкого представления об оптимальных условиях отбора сивушного масла из спиртовых колонн, автором изучался этот вопрос в условиях Барского завода, перерабатывавшего в период проведения опытов свежесахарную мелассу.

Спиртовая колонна диаметром 2000 мм с 64 многоколпачковыми тарелками была снабжена кранами на 3, 4, 5, 6 и 7-й тарелках (считая снизу) для отбора проб из паровой фазы. С этих же тарелок, кроме шестой, отводилась на экстрактор сивушная фракция.

Температурный режим колонны контролировался по температуре в кубе колонны на 6-й и 18-й тарелках с помощью самопишущего потенциометра.

Пробы отбирали при различном температурном режиме работы колонны, т. е. при различной ее нагрузке. Все прочие параметры (концентрация спирта в элюате, производительность, давление в колонне) стабилизировались.

Первая серия опытов была проведена при отборе сивушной фракции только с шестой тарелки. На основании их была установлена зависимость концентрации этилового спирта и сивушного масла от температуры на шестой тарелке. Такая зависимость графически представлена на рис. 96, из которого следует, что максимум накопления сивушного масла в данном опыте совпал с температурой  $94^{\circ}\text{C}$  на шестой тарелке. Пробы, отобранные при температурах выше  $94^{\circ}\text{C}$ , имеют гетерогенный характер (пунктирная линия), ниже  $94^{\circ}\text{C}$  — гомогенный (сплошная линия). При температурах выше  $92^{\circ}\text{C}$  в пробах преобладает содержание сивушного масла, при более низких температурах — этилового спирта.

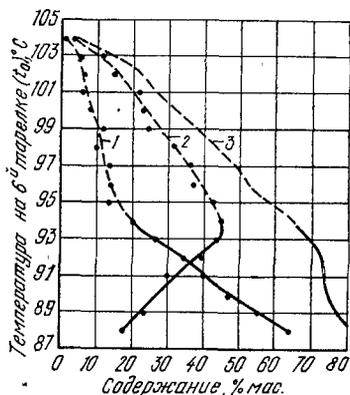


Рис. 96. Зависимость концентрации спирта (1) и сивушного масла (2) и суммы летучих (3) от температуры на 6-й тарелке

Во второй серии опытов пробы отбирали с третьей — седьмой тарелке при изменении температурного режима на шестой тарелке в диапазоне 104—89°C.

Анализ табл. 15 показывает, что сивушная фракция, выведенная при температуре 95,8°C, требует малого расхода воды на про-

Таблица 15

Качественный состав фракций в зависимости от температуры

Температура на шестой тарелке, °С	Состав отбираемой фракции, % мас.		Характер фракции	Расход воды на однократную промывку, %	Выход абсолютного сивушного масла при однократной промывке		Расход воды на однократную промывку после декантации, % от сивушной фракции
	Сивушное масло	Этиловый спирт			г на 100 г фракции	% от сивушного масла в фракции	
89	34,6	34,5	Гомогенный	312	19,2	55,6	—
91,3	36,5	26,5	То же	215	24,6	67,5	—
94,0	36,6	20,5	Гетерогенный	145	27,6	75,7	62
94,5	32,5	15,4	То же	87	26,5	81,5	47
95,8	24,4	9,6	»	17	21,0	86,0	9

Из зоны максимума концентрации сивушного масла 42 20 » 142 34,3 81,7 52

мывку (17% от количества фракции), в то время как для однократной промывки фракции, выведенной при 89°C, воды требуется в 18,3 раза больше (312% от количества отбираемой фракции). Судя по расходу воды на промывку, фракции, отбираемые при более высокой температуре, имеют технологические преимущества. К тому же выход сивушного масла, отбираемого при более высокой температуре, увеличивается (86% против 55,6). Однако абсолютный выход сивушного масла будет максимальным из фракций, отобранных при температуре 94°C. Таким образом, фракции, отбираемые из колонны при низкой температуре (гомогенные), несмотря на высокое содержание сивушного масла, обладают низкими технологическими качествами, т. е. требуют большого расхода промывной воды и дают низкий как относительный, так и абсолютный выход товарного сивушного масла.

В табл. 15 для сравнения приведена характеристика фракции, отобранной на тарелке с максимальным содержанием сивушного масла. Такая фракция, несомненно, обладает еще более высокими технологическими показателями. Абсолютный выход сивушного масла из нее на 25% выше, чем из лучшей средней фракции (34,3 г против 27,6). Но в зоне максимума фракция гомогенна и

на смежных тарелках, расположенных выше, идет быстрое нарастание этилового спирта и быстрое снижение концентрации сивушного масла. Поэтому осуществлять отбор сивушной фракции из зоны максимума его накопления нецелесообразно. Отбор лучше проводить из зоны, лежащей на тарелках, где температура на 2—3°C выше зоны максимума накопления. В этом случае есть уверенность всегда отобрать гетерогенную среду, которая легко расслаивается и обладает высокими технологическими качествами. Для стабилизации состава сивушной фракции, по-видимому, следует на линии ее отбора устанавливать контур автоматического регулирования в зависимости от температуры в зоне отбора.

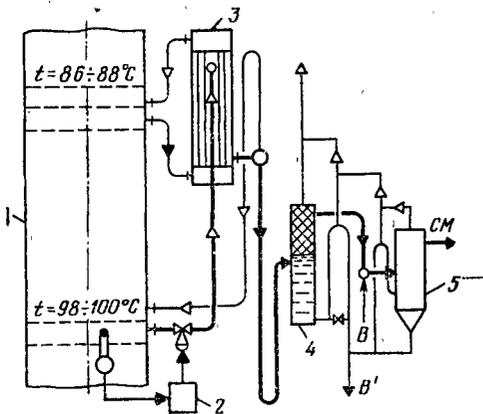


Рис. 97. Схема узла отбора сивушного масла из спиртовой колонны:

1 — спиртовая колонна; 2 — контур регулирования; 3 — теплообменник; 4 — декантатор; 5 — экстрактор

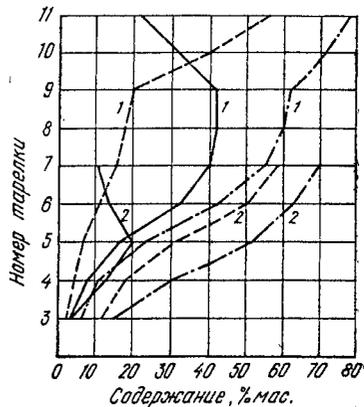


Рис. 98. Распределение сивушного масла (—), этилового спирта (---) и суммы летучих (— · — · —) по тарелкам при различном насыщении: 1 — высокое; 2 — низкое

Расчеты показывают, что для уменьшения расхода воды на промывку гетерогенной фракции ее следует предварительно декантировать. Подсивушный (нижний) слой следует сбрасывать в колонну и только верхний слой, обогащенный сивушным маслом, подвергать промывке. В табл. 15 приведены данные о расходе воды на промывку сивушной фракции, отобранной после предварительной декантации. Выход сивушного масла после промывки декантированной фракции практически не изменяется, а расход воды на промывку сокращается.

Расчеты также показывают, что с сивушной фракцией из колонны отводится от 1 до 5% тепла, введенного в колонну, на отвод которого затем расходуется охлаждающая вода. На наш взгляд, более рационально использовать теплоту конденсации пара сивушной фракции, возвращая ее снова в спиртовую колонну. На рис. 97 приведена схема узла отбора сивушного масла с использованием

теплоты конденсации ректификационной колонной (внутренний цикл) и декантацией сивушной фракции. Приведенный выше анализ позволил установить оптимум температуры (96—98°C) в зоне отбора сивушной фракции в спиртовой колонне при давлении в кубе колонны 2,5 м вод. ст. С повышением давления в колонне до 3,5 м вод. ст. температура соответственно повысится до 98—100°C.

На рис. 98 дан график распределения этилового спирта и сивушного масла по тарелкам спиртовой колонны для двух различных насыщений колонны сивушным маслом. Из графика следует, что при высоком насыщении спиртовой колонны сивушным маслом на нижних тарелках превалирует концентрация сивушного масла, поэтому оно и будет определять потери летучих с лютерной водой. Однако наличие сивушного масла в лютерной воде не определяется типовыми индикаторами на потери вплоть до 0,05% об., в результате чего часть сивушного масла уходит с лютерной водой и не фиксируется пробами при определении потерь. Расчеты показывают, что при содержании в лютерной воде 0,085—0,06% об. сивушного масла оно полностью теряется с ней, а при 0,05% об. теряется 60—85% сивушного масла. Если исходить из технико-экономических расчетов, то максимально допустимое содержание сивушного масла в лютерной воде должно быть не более 0,001% об. При этом потери его с лютерной водой составят ~1% от общего количества масла, вводимого в установку.

Исходя из сказанного, казалось бы, необходимо добиваться того, чтобы концентрация этилового спирта на нижних тарелках была больше концентрации сивушного масла. Это возможно только при снижении концентрации сивушного масла в зоне максимума его накопления. Но такой режим нецелесообразен, так как с уменьшением концентрации сивушного масла в зоне его накопления в отбираемой фракции будет превалировать этиловый спирт. Такая фракция трудно поддается промывке или не поддается вовсе. Для предотвращения потерь сивушного масла с лютерной водой необходимо увеличить число тарелок ниже зоны максимального накопления сивушного масла и вести контроль потерь с лютерной водой индикатором, чувствительным к сивушному маслу (спиртам  $C_3$ ,  $C_4$ ,  $C_5$ ). Такой метод контроля разработан сотрудниками УкрНИИСПа с применением парадиметиламинобензальдегида.

Для более четкого выяснения влияния степени насыщения колонны сивушным маслом на условия отбора его из спиртовой колонны обратимся к треугольной диаграмме для смеси сивушное масло — этиловый спирт — вода, данной В. Ф. Суходол и П. М. Мальцевым. Обработывая приведенные выше опытные данные, легко установить, что ход перегонки трехкомпонентной смеси будет представлен кривыми, начинающимися в точке А (рис. 99). На диаграмме приведены две кривые (пунктирные линии), изображающие ход перегонки, построенные по опытным данным, и три гипотетические кривые (сплошные линии). Гипотетическая кривая  $AB_1C_1$

характеризует ход перегонки при высоком насыщении колонны сивушным маслом. При этих условиях концентрация сивушного масла на нижних тарелках настолько высока, что определяющей примесью в лютерной воде будет сивушное масло, т. е. нижние тарелки практически разделяют бинарную смесь сивушное масло — вода.

При существующем методе контроля потерь в лютерной воде такой режим работы спиртовой колонны неприемлем, хотя в принципе он и возможен при наличии большого числа тарелок в отгонной части колонны.

При этом может быть подобран такой режим, при котором из зоны максимума концентрации сивушного масла отводится стандартный продукт, не требующий дополнительной обработки. Такой режим, по-видимому, более целесообразен для сивушных колонн, а для спиртовых колонн он еще и опасен тем, что при высоком насыщении колонн сивушным маслом возможно загрязнение им ректификованного спирта.

Кривая  $AB_2C_2$  характеризует ход перегонки при критических условиях, когда содержание сивушного масла в лютерной воде не превышает содержания этилового спирта (условно примем данную величину потерь за нормально допустимую). Точка  $B_2$  характеризует в данном случае максимально допустимую концентрацию сивушного масла в колонне.

Точка  $B_3$  на кривой хода перегонки  $AB_3C_3$  характеризует также критические условия. Она определяет минимальную концентрацию сивушного масла в зоне его максимального накопления. Если концентрация сивушного масла в сивушной фракции будет меньше, чем в точке  $3$ , из отбираемой сивушной фракции невозможно будет отмыть водой сивушное масло. Исходя из сказанного, можно сделать вывод, что при отсутствии в схеме установки сивушной колонны концентрация сивушного масла в зоне его отбора (максимума накопления) должна быть в пределах кривой  $B_2-B_3$ , проходящей через максимумы накопления сивушного масла на линиях хода перегонки (см. рис. 99).

Со сдвигом максимума накопления сивушного масла вправо отбираемая из колонны сивушная фракция обладает более низкими технологическими качествами (меньший выход товарного масла после промывки). Минимальный предел накопления сивушного масла определяется с практической точностью по следующей за-

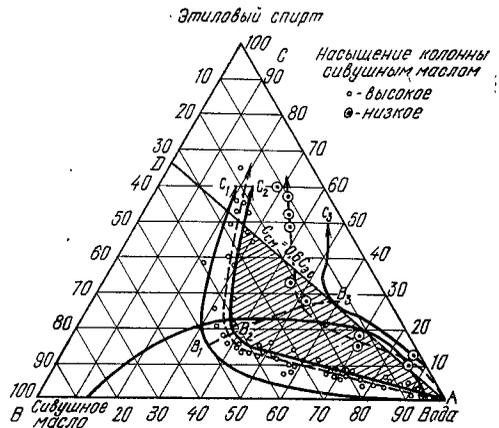


Рис. 99. Ход перегонки сивушного масла.  $AB$  — линия постоянных соотношений этилового спирта и сивушного масла

зависимости  $C_{см} > 0,5C_{эс}$ . Эта же зависимость справедлива для определения минимально допустимой концентрации сивушного масла во фракции, отбираемой на промывку.

Максимальный предел накопления сивушного масла определяется числом тарелок, находящихся ниже зоны его отбора. С увеличением числа тарелок максимально допустимая концентрация сивушного масла возрастает. Расчеты показывают, что при наличии 5—6 теоретических тарелок ниже зоны максимальной концентрации сивушного масла (соответственно зоны отбора при  $R=3,5$ ) максимально допустимая концентрация его в парах составляет 45—47% мас., причем максимум концентрации сивушного масла в жидкой фазе (считая по изоамиловому спирту) достигает всего 27—28% мас., т. е. около 60% от концентрации в паровой фазе. Данные о концентрациях сивушного масла в паровой и жидкой фазах и о технологических качествах сивушной фракции, полученные путем теоретических расчетов (см. с. 181) и экспериментального исследования спиртовой колонны Барского спиртового завода, дают основание сделать вывод о целесообразности отбора сивушного масла в паровой фазе.

Практически степень насыщения спиртовой колонны определяется по температуре на 6, 8, 14 или 18-й тарелке. Выясним возможность определения степени насыщения колонны сивушным

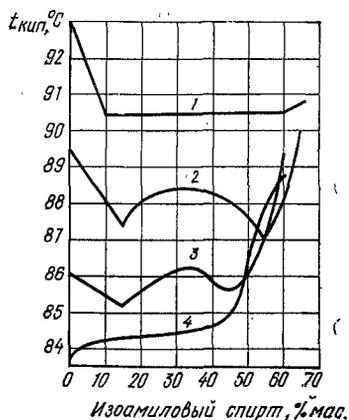


Рис. 100. Зависимость температуры кипения тройной смеси от концентрации изоамилового спирта. Концентрация этилового спирта, % мас.:

1 — 10; 2 — 20; 3 — 30; 4 — 40

маслом по температуре на этих тарелках. На рис. 100 дана зависимость температуры кипения от концентрации изоамилового спирта в тройной смеси при различных концентрациях этилового спирта и атмосферном давлении. Предположим, что максимум накопления изоамилового спирта находится в области концентрации этилового спирта 10% мас., тогда с изменением концентрации изоамилового спирта в пределах от 10 до 60% мас. температура в зоне накопления изоамилового спирта практически не изменяется. Незначительны изменения температур по мере накопления изоамилового спирта и при других концентрациях этилового спирта. Так, при концентрации этилового спирта в 30% температура изменяется всего на 1°C с изменением концентрации изоамилового спирта в пределах от 10 до 52%, и только при более высоких концентрациях изоамилового спирта в жидкой фазе тройной

системы температура возрастает пропорционально концентрации изоамилового спирта. Однако такие высокие концентрации сивушного масла в спиртовой колонне практически не достигаются.

Таким образом, следить за загрузкой колонны сивушным маслом по температуре практически невозможно. Следует очень осторожно относиться и к регулированию загрузки колонны по температуре вообще, так как загрузка определяется суммой этилового спирта и сивушного масла. В таком случае, когда нижняя часть колонны насыщается этиловым спиртом, температура изменяется пропорционально степени насыщения. При насыщении колонны сивушным маслом такого изменения температуры не наблюдается. Так, например, при  $t=90+2,5p^{\circ}\text{C}$ , (где  $p$  — давление в колонне, м вод. ст.) в жидкости на тарелке может быть 80% воды +10% этилового спирта +10% сивушного масла. При той же температуре возможен и такой состав жидкости: 30% воды +10% этилового спирта +60% сивушного масла. В первом случае колонна будет не загружена (сумма летучих 20%), во втором — явно перегружена (сумма летучих 70%). Во втором случае в колонне будет наблюдаться «провал», т. е. при незначительном понижении давления или температуры большое количество летучих попадает в куб и уходит с лютерной водой. При чрезмерной загрузке колонны сивушным маслом «провал» может наступить даже и при повышении температуры на тарелке в зоне максимума концентрации сивушного масла. Этим объясняется тот факт, что при перегрузке сивушным маслом спиртовая колонна перестает «принимать» спирт и производительность ее резко снижается, так как, регулируя загрузку по температуре, аппаратчик сталкивается с таким моментом, когда колонна по температурному режиму как будто бы разгружается, а фактически дает потери. В таких случаях аппаратчик вынужден уменьшать подачу питания на колонну, а соответственно и отбор спирта. Но достаточно провести выброс сивушного масла из колонны, как колонна переходит на нормальный режим работы.

Эту температурную аномалию следует учитывать и при автоматизации спиртовых колонн, так как в ряде схем автоматического регулирования загрузка колонны спиртом определяется по температуре на восьмой тарелке.

Перегрузка колонны сивушным маслом возможна в тех случаях, когда в колонне зона отбора сивушного масла лежит ниже или выше зоны его концентрирования или при малом отборе сивушной фракции.

Исследования отбора сивушного масла в условиях Барского спиртового завода и исследования УкрНИИСПа подтверждают результаты теоретических расчетов, сделанных в предыдущем разделе.

В заключение следует отметить, что установившаяся практика концентрирования сивушного масла (промежуточных примесей) в спиртовой колонне, по-видимому, нерациональна, так как при концентрировании промежуточных примесей в колонне происходит вытеснение этилового спирта из зоны концентрирования, уменьшается общий КПД тарелок (считая по спирту), т. е. снижается разделительный эффект спиртовой колонны. Практикой установле-

но, что колонна, разгруженная от промежуточных примесей, работает эффективнее, при меньшем удельном расходе пара (меньшем числе флегмы). Поэтому следует считать рациональным выделение промежуточных примесей (хотя бы основной их части) в элюрационной колонне, как это предусмотрено в косвенно-прямоточных установках ВНИИПрБа с направленным выделением примесей (см. рис. 16 и 24).

## Методика расчета спиртовых колонн

При расчете спиртовой колонны исходными величинами должны быть: концентрация спирта в элюрате или элюрированном паре  $X_1$ , поступающих на питание спиртовой колонны, концентрация спирта в ректификованном спирте  $X_D$  и допустимая концентрация спирта в лютерной воде  $X_0$ .

Иногда в технологических инструкциях указывается, что в лютерной воде не должно быть спирта, но это не значит, что  $X_0=0$ , так как для обеспечения такого содержания спирта в лютерной воде необходимо иметь отгонную часть колонны с бесконечно большим числом тарелок. По-видимому, допустимое содержание спирта в лютерной воде должно определяться технико-экономическим расчетом или по аналогии с бражной колонной оно может быть принято равным 0,015% об.

Проследим расчет спиртовой колонны на конкретном примере.

Примем, что колонна должна работать при следующих условиях:  $X_1=40\% \text{ об.} = 33,3\% \text{ мас.} = 26,4\% \text{ мол.}$ ;  $X_D=96,5\% \text{ об.} = 94,57\% \text{ мас.} = 87,15\% \text{ мол.}$ ;  $X_0=0,001\% \text{ об.} = 0,00079\% \text{ мас.} = 0,00032\% \text{ мол.}$  Колонна обогревается открытым паром; содержание сивушного масла в элюрате 0,3% по массе спирта. Непастеризованный спирт отбирается в количестве 1%.

Минимальное число флегмы определяется графическим методом или по рис. 79. При  $X_D=96,5$   $R_{\text{мин}}=3,13$ . Если принять избыток флегмы  $\epsilon=1,5$ , то  $R=4,7$ .

При расчете в первую очередь определяется удельный расход пара и необходимое число тарелок в колонне. Для определения удельного расхода пара обычно составляется материальный и тепловой баланс. Проведем расчеты на 100 кг элюрата, введенного в спиртовую колонну.

Примем, что концентрации ректификованного и непастеризованного спирта равны между собой:  $X_D=X_H=94,57\% \text{ мас.}$  (рис. 101).

Примем состав сивушной фракции (А), отбираемой из колонны: сивушного масла 30% мас.; этилового спирта 20% мас.; всего летучих 50% мас.;

состав промывной воды (В), выходящей из экстрактора: сивушного масла 3,6% мас.; этилового спирта 8,7% мас.; всего летучих 12% мас.;

состав отмытого сивушного масла (Б): сивушного масла 80% мас.; этилового спирта 5,6% мас.; всего летучих 85,6% мас.

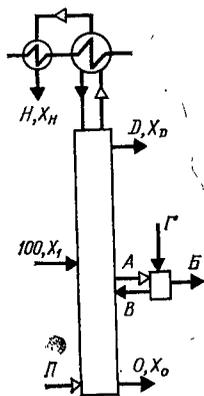


Рис. 101. Схема внешних потоков спиртовой колонны

При содержании сивушного масла в элюате 0,3% количество товарного сивушного масла

$$B = \frac{33,3 \cdot 0,3}{100} \cdot \frac{100}{80} = 0,125 \text{ кг.}$$

Содержание в нем легколетучих компонентов

$$0,125 \cdot 0,856 = 0,107 \text{ кг.}$$

Количество промывной воды

$$B = A + G - B = 2A - 0,125 \text{ кг,}$$

где  $G$  — расход воды на промывку (принят 100% по массе сивушной фракции).

Баланс по летучим (кроме воды) компонентам для экстрактора сивушного масла:

$$A \cdot 50 = B \cdot 85,6 + B \cdot 12,3,$$

откуда  $A = 0,36$  кг;

$$B = 2A - 0,125 = 2 \cdot 0,36 - 0,125 = 0,595 \text{ кг.}$$

Содержание летучих в промывной воде

$$0,595 \cdot 0,123 = 0,073 \text{ кг.}$$

Теперь определим количество дистиллята:

$$D' = \frac{(33,3 - 0,107) 100}{94,57} = 35,1 \text{ кг,}$$

в том числе ректификованного спирта

$$D = D' / 1,01 = 34,75 \text{ кг,}$$

а неастеризованного спирта

$$H = D' / 1,01 = 0,35 \text{ кг.}$$

При расчете потерями спирта пренебрегаем.

Расчетные данные сведены в табл. 16. и 17.

Следует отметить, что аналогичный результат получается при расчете удельного расхода пара по формуле (102):

$$P = (1,285 - 0,009 \cdot 96,5) 4,7 - 0,012 \cdot 96,5 + 1,707 = 2,503 \text{ кг/кг.}$$

Разница составляет всего около 1%. Поэтому в инженерных расчетах расхода пара на спиртовые колонны в пределах условий, принятых при выводе формулы (102), нет необходимости составлять детальный материальный баланс, а следует пользоваться расчетной формулой.

Количество лютерной воды можно определить исходя из баланса продуктов, входящих и выходящих из колонны в соответствии с рис. 101.

Определение необходимого числа теоретических тарелок для заданного разделения выполнено графическим методом при  $R = 4,7$ . Для концентрационной части  $n_k = 30,6$ , для отгонной  $n_o = 5,25$ . Общее число тарелок  $n = n_k + n_o = 35,85$ . При КПД тарелок  $\eta = 0,5$  необходимое число реальных тарелок

$$N = 35,85 / 0,5 = 72;$$

## Материальный баланс колонны

Таблица 16

Продукт	Концентрация спирта, % мас.	Содержание, кг		всего
		спирта	воды	
Приход				
Экспорт из эспираторной колонны	33,3	33,3	66,7	100
Флегма из дефлегматора и конденсатора	94,57	$\frac{199,65 \cdot 94,57}{100} = 188,8$	$\frac{199,65(100-94,57)}{100}$	$D(R+1) - D_H = 35,1 \times 5,7 - 0,35 = 199,65$
Промывная вода из экстрактора сивушного масла	12,3	0,073	0,522	0,595
Греющий пар	—	—	P	P
Всего	—	222,173	78,072 + P	300,245 + P
Расход				
Спирт ректифицированный (D)	94,57	$\frac{34,75 \cdot 94,57}{100} = 32,863$	$\frac{34,75(100-94,57)}{100} = 1,887$	34,75
Пар сивушной фракции (A)	50	0,18	0,18	0,36
Пар, образующий неастиризованный спирт (H)	94,57	$\frac{0,35 \cdot 94,57}{100} = 0,33$	$\frac{0,35(100-94,57)}{100} \approx 0,02$	0,35
Пар флегмы и ректифицированного спирта, поступающий в дефлегматор	94,57	188,8	10,85	$D(R+1) - H = 199,65$
Лютерная вода (без конденсата греющего пара)	—	—	$78,072 - (1,887 + 0,18 + 0,019 + 10,85) = 65,135$	$300,245 - (34,75 + 0,36 + 65,135) = 65,135$
Конденсат греющего пара	—	—	P	P
Всего	—	222,173	78,072 + P	300,245 + P

Таблица 17

## Тепловой баланс

Продукт	$c$ , кДж/(кг·К)	$t$ , °С	$t$ , кДж/кг	Расчет	Итого, кДж
Приход					
Эпюрат	4,53	88	—	100·4,53·88	39805
Флегма из дефлегматора и конденсатора	3,18	70	—	199,65·3,18·70	44414
Промывная вода из экстрактора свиного масла	4,27	40	—	0,595·4,27·40	100
Греющий пар ( $p = 0,25$ МПа)	—	—	2693	$P = 2693$	2693P
<b>Всего</b>	—	—	—	—	<b>84319 + 2693P</b>
Расход					
Спирт ректифицированный	3,35	79	—	34,75·3,35·79	9127
Пар свиной фракции	—	—	1923	0,36·1923	691
Пар, образующий неастеризованный спирт	—	—	1156	0,35·1156	406
Пар флегмы и ректифицированного спирта, поступающий в дефлегматор	—	—	1156	199,65·1156	230869
Лютерная вода без конденсата греющего пара ( $H = 2,5$ м вод. ст.)	—	—	442	65,135·442	28785
Потери в окружающую среду	—	—	—	5% от суммы всех предыдущих величин	13492
Конденсат греющего пара	—	—	442	$P = 442$	442P
<b>Всего</b>	—	—	—	—	<b>283440 + 442P</b>

Баланс тепла:  $84319 + 2693P = 283440 + 442P$ .

$P = 88,5$  кг или  $P = 88,5 : 35,1 = 2,52$  кг на 1 кг дистиллята.

Удельный расход нормального пара  $P = (2,52 \cdot 2693) : 2682 = 2,53$  кг/кг.

при  $\eta = 0,45$

$$N = 35,85/0,45 = 80;$$

при  $\eta = 0,4$

$$N = 35,85/0,4 = 90.$$

Для определения необходимого числа тарелок при выработке спирта концентрацией 95,5 и 96,2% об. можно пользоваться расчетными графиками, изображенными на рис. 78.

Для сопоставления на рис. 102, а дана зависимость необходимого числа теоретических тарелок в концентрационной (вверху рисунка) и отгонной (в низу рисунка) части колонны для дистиллята с концентрацией спирта от 95,5 до 96,5% об. при концентрации спирта в питании  $X_1 = 40\%$  об.

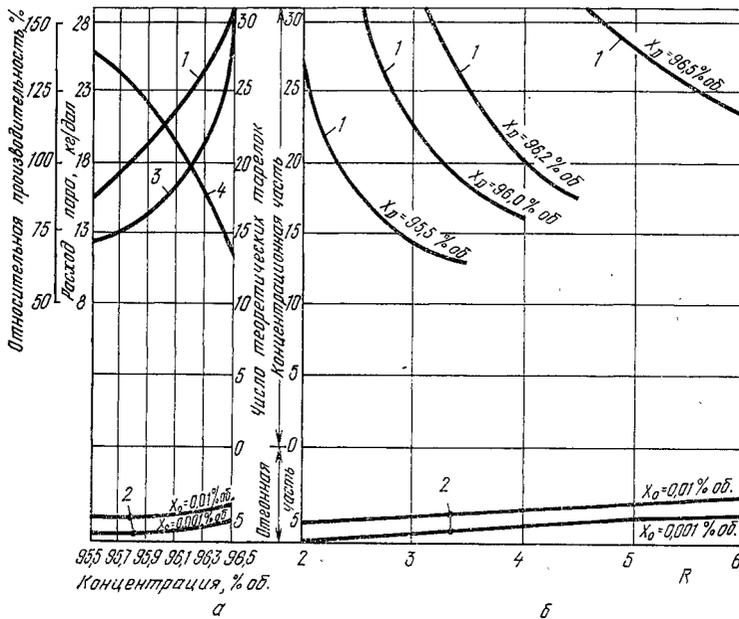


Рис. 102. К расчету спиртовых колонн:

1 — число теоретических тарелок в концентрационной части колонны ( $n_k$ ); 2 — то же, в отгонной ( $n_0$ ); 3 — расход пара ( $P$ , кг/дал); 4 — относительная производительность

Из графика следует, что с изменением концентрации спирта в дистилляте резко возрастает необходимое число тарелок в концентрационной части колонны, в отгонной оно незначительно уменьшается.

На рис. 102, б дана зависимость необходимого числа тарелок от числа флегмы для дистиллята с различной концентрацией спирта. Этот график дает возможность перейти к определению произ-

водительности спиртовой колонны с определенным числом тарелок в зависимости от  $X_D$ .

Предположим, что спиртовая колонна имеет 25 теоретических тарелок в концентрационной части и 4,7—в отгонной. Требуется определить, какова будет производительность колонны при выработке спирта концентрацией  $X_D=95,5; 96,0; 96,2$  и  $96,5\%$  об.

Ввиду того что число тарелок в отгонной части колонны с изменением  $R$  меняется незначительно, расчет будем вести по концентрационной части. Пользуясь рис. 102, б, находим, что при  $X_D=95,5\%$  об. колонна должна работать при  $R=2,1$ , а при  $X_D=96,5\%$  об. — при  $R=5,65$ . Удельный расход пара при этом составит:

при  $X_D = 95,5\%$  об.  $P = 1,447$  кг/кг;

$X_D = 96,0\%$  об.  $P = 1,81$  кг/кг;

$X_D = 96,2\%$  об.  $P = 2,02$  кг/кг;

$X_D = 96,5\%$  об.  $P = 2,897$  кг/кг.

Производительность колонны обратно пропорциональна величине удельного расхода пара. Следовательно, она выразится такими величинами:

при  $X_D = 95,5\%$  об.  $Q_1 = 100\%$  или  $Q_2 = 140\%$ ;

$X_D = 96,0\%$  об.  $Q_1 = 80\%$  или  $Q_2 = 112,5\%$ ;

$X_D = 96,2\%$  об.  $Q_1 = 71\%$  или  $Q_2 = 100\%$ ;

$X_D = 96,5\%$  об.  $Q_1 = 50\%$  или  $Q_2 = 70\%$ .

На рис. 102, а полученная зависимость изображена линией 4.

Выше был рассмотрен расчет спиртовой колонны, работающей при атмосферном давлении. При давлении, значительно отличающемся от атмосферного, положение кривой фазового равновесия для системы этанол — вода существенно изменяет свое положение, что необходимо учитывать при расчете как удельного расхода пара, так и необходимого числа теоретических тарелок.

На рис. 103 приведены графики изменения  $R_{\text{мин}}$  в зависимости от концентрации спирта в дистилляте с изменением давления. Графики построены на основании данных В. Н. Стабникова и Т. Б. Процюк [21] о фазовом равновесии системы этанол — вода. С изменением давления значительно изменяется  $R_{\text{мин}}$ . Так, если при атмосферном давлении (100 кПа) и  $X_D=96,2\%$  об.  $R_{\text{мин}}=3,2$ , то при остаточном давлении 50 кПа  $R_{\text{мин}}=1,85$ .

На рис. 104 приведена зависимость необходимого числа тарелок в концентрационной части спиртовой колонны ( $n$ ) от давления ( $p$ ) при различных значениях избытка флегмы ( $\varepsilon$ ) и концентрации дистиллята ( $X_D$ ). С уменьшением давления в колонне уменьшается необходимое число теоретических тарелок при постоянных значениях ( $\varepsilon$ ) и  $X_D$ . Графики на рис. 104 дают возможность определять необходимое число теоретических тарелок при расчете ко-

лонн, работающих при различном давлении, или находить оптимальную величину избытка флегмы ( $\epsilon$ ) при эксплуатации колонны.

Так, например, если колонна работала при атмосферном давлении (100 кПа) и обладала эффективностью, в концентрацион-

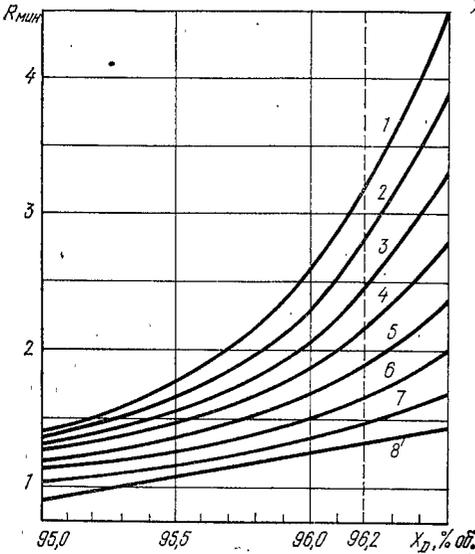
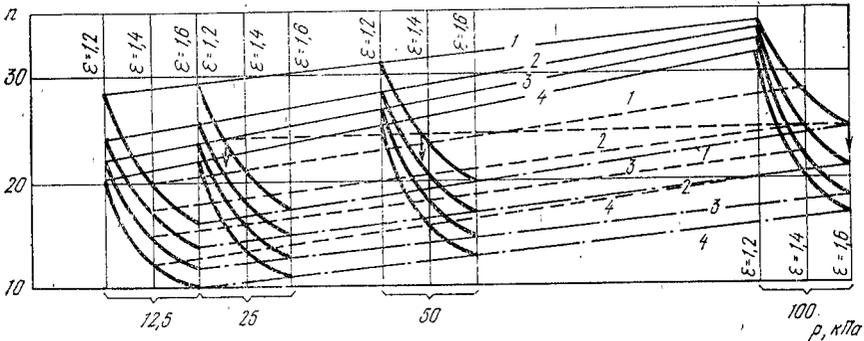


Рис. 103. Графики измерения  $R_{мин}$  в зависимости от концентрации спирта в дистилляте  $X_D$  с изменением давления  $p$ , кПа:  
1 — 100; 2 — 87,5; 3 — 75; 4 — 62,4; 5 — 50; 6 — 37,5; 7 — 25; 8 — 12,5

Рис. 104. График зависимости  $n = f(P)$ :  
 $X_D$ , % об.: 1 — 96,5; 2 — 96,0; 3 — 95,5; 4 — 95,0



ной части в 25 теоретических тарелок при  $X_D=96,5\%$  об. и  $\epsilon=1,6$ , то при переходе на работу под разрежением (остаточное давление 50 кПа) она обеспечит ту же эффективность при  $\epsilon=1,38$ , а при переходе к остаточному давлению 25 кПа соответственно уменьшается  $\epsilon$  до 1,32.

Рассмотрим порядок расчета расхода тепла и пара на обогрев спиртовой колонны, работающей под разрежением. Для расчета воспользуемся уравнением (96). По рис. 103 определим минимальное число флегмы при  $X_D=96,5$  и давлении  $p_1=100$  кПа,

$p_2=50$  кПа и  $p_3=25$  кПа. Оно будет соответственно равно  $R_{\text{мин}_1}=4,4$ ,  $R_{\text{мин}_2}=2,3$  и  $R_{\text{мин}_3}=1,7$ .

При эффективности колонны в 25 теоретических тарелок избыток числа флегмы соответственно будет (см. рис. 104)  $\varepsilon_1=1,6$ ,  $\varepsilon_2=1,38$  и  $\varepsilon_3=1,32$ , тогда  $R_1=4,4 \cdot 1,6=7,04$ ;  $R_2=3,17$  и  $R_3=2,24$ .

Примем, что эюрат поступает в колонну с содержанием спирта 40% об. (33,3% мас., или 26,4% мол.), а содержание спирта в остатке  $X_0=0$ .

По [21] находим температуру кипения эюрата соответственно давлению в колонне:  $t_{s_1}=82^\circ\text{C}$ ,  $t_{s_2}=65,3^\circ\text{C}$  и  $t_{s_3}=50^\circ\text{C}$ ; температуру кипения дистиллята:  $t_{D_1}=78,2^\circ\text{C}$ ,  $t_{D_2}=61,7^\circ\text{C}$  и  $t_{D_3}=46,9^\circ\text{C}$ ; температуру кипения кубового остатка  $t_{O_1}=100^\circ\text{C}$ ,  $t_{O_2}=81,6^\circ\text{C}$  и  $t_{O_3}=65,4^\circ\text{C}$ .

Там же [21] находим теплоемкость эюрата соответственно его концентрации и температуре:  $c_{s_1}=4,5$  кДж/(кг·К),  $c_{s_2}=4,4$  кДж/(кг·К) и  $c_{s_3}=4,3$  кДж/(кг·К); теплоемкость дистиллята  $c_D=3,2$  кДж/(кг·К),  $c_{D_2}=3,1$  кДж/(кг·К) и  $c_{D_3}=2,8$  кДж/(кг·К); теплоемкость кубового остатка  $c_{O_1} \approx c_{O_2} \approx c_{O_3}=4,19$  кДж/(кг·К).

Там же [21] находим теплосодержание спиртового пара соответственно давлению в колонне и его концентрации:  $I_1=1150$  кДж/кг,  $I_2=1215$  кДж/кг и  $I_3=1104$  кДж/кг.

В результате расчета получим:  $i_{s_1}=t_{s_1}c_{s_1}=82 \cdot 4,5=369$  кДж/кг,  $i_{s_2}=287 \cdot 4,4=1262,8$  кДж/кг и  $i_{s_3}=215 \cdot 4,3=925,5$  кДж/кг;  $i_{D_1}=t_{D_1}c_{D_1}=78,2 \cdot 3,2=250,24$  кДж/кг,  $i_{D_2}=61,7 \cdot 3,1=191,27$  кДж/кг и  $i_{D_3}=46,9 \cdot 2,8=131,32$  кДж/кг;  $i_{O_1}=t_{O_1}c_{O_1}=100 \cdot 4,19=419$  кДж/кг,  $i_{O_2}=81,6 \cdot 4,19=341,70$  кДж/кг и  $i_{O_3}=65,4 \cdot 4,19=274,17$  кДж/кг.

Подставив полученные данные в уравнение (96), получим:

$$Q_1 = 1,05 \left\{ \frac{X_s}{X_D} [(R+1)I - Ri_D - i_O] + i_O - i_s \right\} = 1,05 \left\{ \frac{33,3}{94,58} [(7,04 + 1)1150 - 7,04 \cdot 250 - 419] + 419 - 369 \right\} = 2665 \text{ кДж на 1 кг эюрата,}$$

$$\text{или } \frac{2665 \cdot 100}{33,3 \cdot 0,99} = 8084 \text{ кДж на 1 кг безводного ректификованного спирта,}$$

где 0,99 — коэффициент, учитывающий 1% отбора непастеризованного спирта, или  $8084 \cdot 7,89=63783$  кДж на 1 дал безводного ректификованного спирта.

Расход греющего пара (при закрытом обогреве) составит

$$P_1 = Q_1/r_1 = 63783/2258 = 28,3 \text{ кг на 1 дал безводного ректификованного спирта.}$$

И соответственно  $P_2=17,5$  кг/дал и  $P_3=12,45$  кг/дал, где  $r_1$  — скрытая теплота конденсации греющего пара при  $p_1=100$  кПа.

При определении диаметра колонны необходимо также учитывать плотность пара ( $\rho_{\text{п}}$ ) при соответствующем давлении. Плотность водяного пара соответственно принятым давлениям соста-

вит  $\rho_{o_1} = 1/V = 1/1,695 = 0,5899 \text{ кг/м}^3$ ;  $\rho_{o_2} = 1/3,242 = 0,3084 \text{ кг/м}^3$  и  $\rho_{o_3} = 1/6,441 = 0,1552 \text{ кг/м}^3$  [21].

Плотность спиртового пара (при  $X_D = 96,5\%$  об. =  $94,58\%$  мас.) определим по рис. 84, а:  $\rho_{D_1} = 1,43 \text{ кг/м}^3$ ;  $\rho_{D_2} = 0,75 \text{ кг/м}^3$ ;  $\rho_{D_3} = 0,39 \text{ кг/м}^3$ . Допустимая скорость пара в колонне определяется по рис. 84, б или по формулам (52), (53). При межтарелочном расстоянии 200 мм допустимая скорость пара в нижней части колонны (считая по водяному пару) будет равна  $w_{o_1} = 1 \text{ м/с}$ ,  $w_{o_2} = 1,3 \text{ м/с}$  и  $w_{o_3} = 1,8 \text{ м/с}$ . Соответственно в верхней части колонны, считая по спиртовому пару,  $w_{D_1} = 0,65 \text{ м/с}$ ,  $w_{D_2} = 0,9 \text{ м/с}$ ,  $w_{D_3} = 1,25 \text{ м/с}$ .

При производительности колонны 2000 дал/сут секундное количество пара будет равно:

а) в нижней части колонны

$$V_{o_1} = \frac{2000P_1}{24 \cdot 3600\rho_{o_1}} = \frac{2000 \cdot 28,3}{24 \cdot 3600 \cdot 0,5899} = 1,11 \text{ м}^3/\text{с},$$

$$V_{o_2} = 1,31 \text{ м}^3/\text{с}, V_{o_3} = 1,86 \text{ м}^3/\text{с};$$

б) в верхней части колонны

$$V_{D_1} = \frac{2000 \cdot 8(R+1)}{24 \cdot 3600 \cdot 0,99\rho_{D_1}} = \frac{2000 \cdot 8(7,04+1)}{24 \cdot 3600 \cdot 0,99 \cdot 1,43} = 1,04 \text{ м}^3/\text{с}, V_{D_2} = 1,06 \text{ м}^3/\text{с}, V_{D_3} = 1,55 \text{ м}^3/\text{с}.$$

Диаметр колонны:

а) считая по низу колонны,

$$D_{o_1} = \sqrt{\frac{4V_0}{\pi w_0}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 1,11}{3,14 \cdot 1}} = 1,19 \text{ м},$$

$$D_{o_2} = 1,13 \text{ м}, D_{o_3} = 1,15 \text{ м};$$

б) считая по верху колонны,

$$D_{D_1} = \sqrt{\frac{4V_{D_1}}{\pi w_{D_1}}} = \sqrt{\frac{4 \cdot 1,04}{3,14 \cdot 0,65}} = 1,42 \text{ м},$$

$$D_{D_2} = 1,23 \text{ м}, D_{D_3} = 1,25 \text{ м}.$$

Колонна подбирается по наибольшему сечению (верхнему).

Расчеты показывают, что при переходе на работу под разрежением не только снижается расход греющего пара, но уменьшается и необходимое сечение колонны, причем особенно резко это ощущается при переходе от давления 100 кПа к давлению 50 кПа.

### Оптимальное проектирование и эксплуатация спиртовых колонн

При анализе спиртовых колонн была выявлена взаимосвязь между основными параметрами процесса и числом теоретических тарелок в колонне, т. е. дана ее статическая характеристика. Эко-

номическая характеристика спиртовой колонны представляет собой взаимосвязь основных параметров процесса и критерия оптимизации и выражается в общем виде зависимостью

$$K = f[n, R, X_M, X_D, X_O, C_T, C_{II}, C_C, C_A], \quad (120)$$

где  $K$  — общие затраты на производство 1 дал спирта, коп./дал б. с.;  $n_0$  и  $n_k$  — число теоретических тарелок соответственно в отгонной и концентрационной части колонны;  $R$  — число флегмы;  $X_M, X_D, X_O$  — содержание спирта в питании, дистилляте и кубовом остатке;  $C_T, C_{II}, C_C, C_A$  — соответственно амортизационные отчисления на одну реальную тарелку (на каждый декалитр перерабатываемого в колонне спирта); стоимость пара (коп. на 1 кг безводного спирта); опгово-отпускная цена спирта (коп./дал), отчисления на амортизацию и ремонт помещения ректификации (высота которого зависит от числа тарелок спиртовой колонны), коп. на 1 дал безводного спирта.

А. П. Николаев, решая на ЭВМ уравнение (120) совместно с уравнением статики отгонной части  $f(R, X_M, X_O, n_0) = 0$  и для концентрационной части  $f(R, X_D, n_k) = 0$ , составил график (рис. 105) статической и экономической характеристики спиртовой колонны при  $X_M = 40\%$  об., КПД тарелок  $\eta = 0,45$ .

Значения  $C_C$  принимались в зависимости от  $X_D$ ;  $C_T = 4,75 \cdot 10^{-3}$  коп. на 1 дал безводного спирта;  $C_A = 4,3 \cdot 10^{-3}$  коп. на 1 дал безводного спирта;  $C_{II} = 0,25$  коп./кг.

На характеристике четко выделяются закономерности влияния параметров процесса на  $K$ , а именно:

при числе тарелок в колонне от 50 до 80 затраты на процесс колеблются в пределах 4,8—7,0 коп. на 1 дал безводного спирта<sup>1</sup>;

при любых значениях  $X_O$  увеличение числа тарелок ведет к уменьшению  $K$ , т. е. экономически выгодно;

оптимальное значение содержания спирта в лютерной воде  $X_O = 0,039\%$  об.; по всей видимости, следует рекомендовать  $X_O$  равным 0,03—0,04% вместо  $X_O = 0$ , рекомендуемых технологической инструкцией;

увеличение концентрации спирта в дистилляте от 96,0 до 96,2% об. обходится в 0,6 коп. на 1 дал безводного спирта, а от 96,2 до 96,5% об. — в 4 коп. на 1 дал безводного спирта.

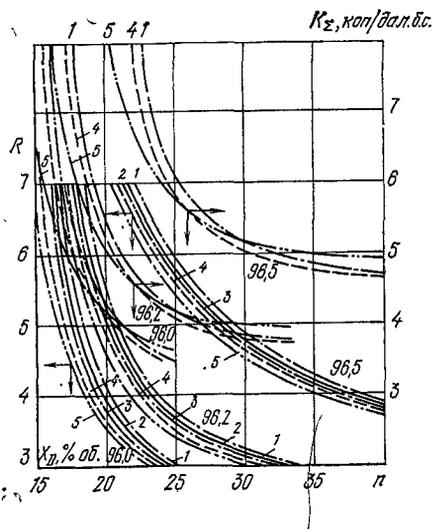


Рис. 105. Статическая и экономическая характеристика спиртовой колонны при  $X_M = 40\%$  об.,  $\eta = 0,45$  и  $X_O$ , % об.:

1 — 0,0026; 2 — 0,013; 3 — 0,026; 4 — 0,039; 5 — 0,13

<sup>1</sup> С изменением цен на топливо изменяется и эта величина.