

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

Приведенный анализ сделан для колонны, работающей под атмосферным давлением. С изменением давления в колонне несколько изменится распределение спирта и примесей по высоте колонны. К сожалению, в настоящее время мы не располагаем данными о летучести большинства примесей при различных давлениях. Однако можно отметить, что с понижением давления в эюрационной колонне распределение концентраций этилового спирта в отгонной части практически не изменится, а в концентрационной изменение будет более резким, чем в случае работы колонны при атмосферном давлении, и концентрация спирта на верхних тарелках может достигать 97—97,3% об. (против 94—96), что может затруднить

выход верхних промежуточных примесей типа изовалерианоэтилового и изомасляноэтилового эфиров.

Работа эюрационной колонны в случае подачи воды для гидроселекции

В последнее время с целью улучшения условий эюрации в некоторых схемах ректификационных установок (см. рис. 22, 23, 24) предусматривается подача воды в концентрационную часть эюрационной колонны (экстрактивная ректификация). Такой прием получил название гидроселекции. Гидроселекция позволяет снизить концентрацию спирта на тарелках эюрационной колонны и приводит к увеличению коэффициентов испарения большинства примесей. Рассмотрим, в какой мере гидроселекция влияет на степень извлечения и концентрирования примесей в эюрационной колонне.

Для построения рабочих линий отгонной части колонны при подаче воды на ее верхнюю тарелку (рис. 71) вполне применимы уравнения (15), (16). Для

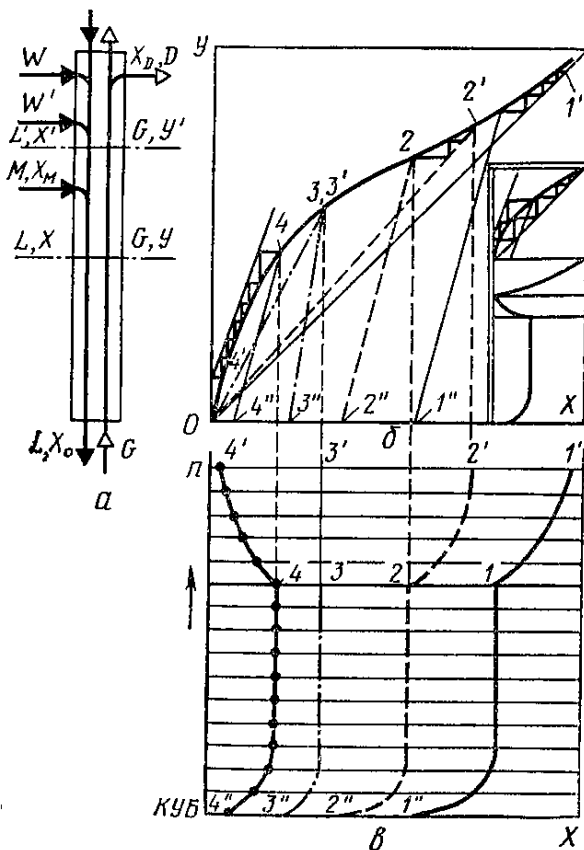


Рис. 71. Схема потоков в эюрационной колонне при гидроселекции (а), характер распределения концентраций спирта по высоте колонны (в) и то же, при промежуточном вводе воды W' (б):

Y — концентрация спирта в паровой фазе; X — то же, в жидкой фазе; n — номер тарелки; 1, 2, 3, 4 — положение рабочих линий и соответственно концентрации спирта на тарелке питания; 1', 2', 3' и 4' — то же, на верхней тарелке концентрационной части; 1'', 2'', 3'', 4'' — то же, в отгонной части

концентрационной части уравнение рабочей линии может быть получено на основании баланса спирта (по рис. 71, а):

$$GY' = L'X' + DX_D, \quad (88)$$

откуда

$$Y' = (L'/G) X' + (D/G) X_D, \quad (89)$$

где X_D — концентрация спирта в дистилляте, % мол.; D — количество дистиллята, отбираемого из колонны, моль.

Величины D и X_D могут быть выражены через количество моль безводного спирта P , отводимого с дистиллятом:

$$DX_D = 100P. \quad (90)$$

Величина жидкостного потока

$$L' = G - D + W, \quad (91)$$

где W — поток вводимой в колонну воды.

Для выяснения распределения концентраций спирта по тарелкам элюационной колонны при подаче воды на ее верхнюю тарелку примем в первом приближении, что колонна работает без отбора дистиллята, т. е. $D=0$. Такой режим возможен при работе с задержками. Уравнение (89) примет вид

$$Y' = (L'/G) X'. \quad (92)$$

Угловой коэффициент L'/G может изменяться в пределах от 1 до ∞ , что соответствует изменению количества подаваемой воды от 0 до ∞ .

На рис. 71, б показано различное положение рабочей линии концентрационной части колонны. В нижней части рисунка изображено распределение концентраций спирта по тарелкам соответственно различным положениям рабочей линии. Наибольшая концентрация спирта в верхней части колонны наблюдается при отсутствии подачи воды (рабочая линия 1). С увеличением подачи воды концентрация спирта на верхних тарелках уменьшается, и при пересечении рабочей линии 3 с кривой равновесия в точке 3', которая соответствует концентрации спирта на тарелке питания, в концентрационной части колонны спирт не концентрируется. При дальнейшем увеличении подачи воды концентрация спирта на тарелках верхней части колонны становится меньше концентрации его на тарелке питания из-за абсорбции паров спирта стекающей флегмой. При бесконечно большом количестве воды истощение будет абсолютным. Таким образом, изменяя количество воды, можно регулировать концентрацию спирта на тарелках концентрационной части, а это дает возможность подбирать оптимальные условия для вывода примесей спирта, выделенных в нижней части элюационной колонны, через ее верхнюю часть. Предельным расходом воды в элюационную колонну следует считать тот, при котором рабочая линия пересекает кривую равновесия в точке максимальной концентрации спирта на тарелке питания. Дальнейшее увеличение подачи воды, по-видимому, будет нецелесообразно, так как зон концентрирования промежуточных примесей по высоте колон-

ны уже не будет. К тому же это приводит к значительному разбавлению эюрата водой, требует повышенного расхода пара на проведение процесса эюрации и снижает производительность ректификационной колонны.

В нижнем правом углу верхней части рис. 71, б показан характер распределения концентраций спирта на тарелках эюрационной колонны в случае промежуточного ввода воды, т. е. когда вода вводится выше тарелки питания, но ниже верхней (см. W' на рис. 71, а). Промежуточный ввод воды значительно расширяет возможности гидроселекции для регулирования организации зон концентрирования примесей по высоте концентрационной части эюрационной колонны. Этот прием использован в установках ВНИИПрБа для направленного концентрирования и выделения промежуточных примесей в установках косвенно-прямоточного действия (см. рис. 16 и 24).

В нижней части колонны хорошо извлекаются примеси с коэффициентом испарения $K > L/G$ (случай возможности абсолютной эюрации). Подача воды в колонну увеличивает жидкостный поток L в отгонной части, ухудшая условия извлечения примесей. Одновременно с этим уменьшается концентрация спирта, что оказывает противоположное влияние. Рассмотрим это на конкретных примерах.

Примем, что в эюрационную колонну поступает нагретый до кипения исходный продукт с концентрацией спирта 50% об., или 42,3% мас., расход греющего пара на эюрацию 0,6 кг на 1 кг безводного спирта, введенного в колонну с исходным продуктом. Для упрощения расчета допустим, что колонна работает без отбора дистиллята ($D=0$). Величина парового потока в расчете на 1 кг безводного спирта, вводимого в колонну, составит $G=0,6/18=0,033$ кмоль; масса спирто-водной смеси, вводимой в колонну, $A=1 \cdot 100/42,43=2,36$ кг. Среднемолекулярная масса исходного продукта $M_{ср}=24,25$; величина жидкостного потока в отгонной части колонны $L=M/M_{ср}+G=0,131$. Величина жидкостного потока для концентрационной части колонны $L'=G$ (при $R=\infty$). Таким образом, для отгонной части колонны $L/G=3,97$; для концентрационной $L'/G=1$.

Концентрация эюрата составит:

$$X_0 = \frac{1 \cdot 100}{2,36 + 0,6} = 33,8 \% \text{ мас.}, \text{ или } 16,7 \% \text{ мол.}$$

На рис. 72, а нанесены рабочие линии и ступени изменения концентраций для отгонной и концентрационной частей колонны. На большинстве тарелок отгонной части колонны концентрация спирта в данных условиях и при n , равном 8 теоретическим тарелкам, соответствует точке A_0 . Она равна 31,2% мол., или 53,7% мас. Для концентрационной части колонны при том же числе теоретических тарелок максимальная концентрация достигает 84,5% мол., или 93,25% мас. (точка A'_0).

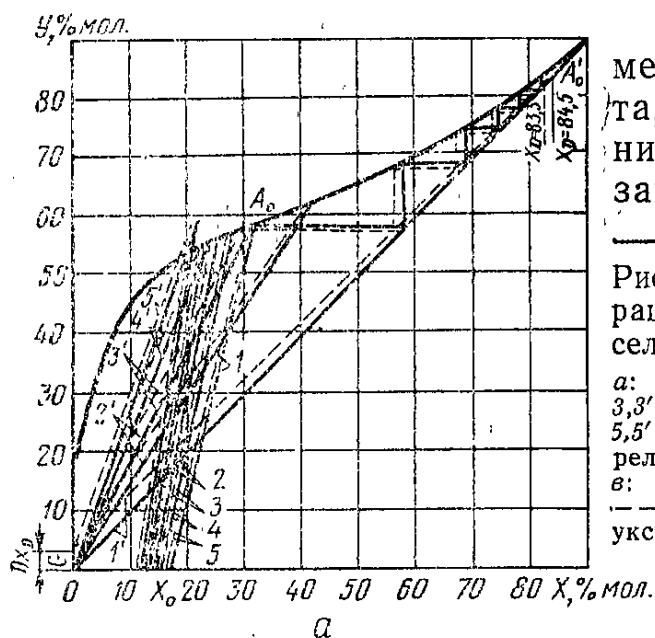
Теперь представим, что на верхнюю тарелку эюрационной ко-

лонны вводится различное количество воды (W). Результаты аналитического и графического расчета сведены в табл. 6, а на рис. 72, а нанесены рабочие линии, соответствующие количеству подаваемой в колонну воды.

Таблица 6

Изменение концентраций спирта в зависимости от подачи воды

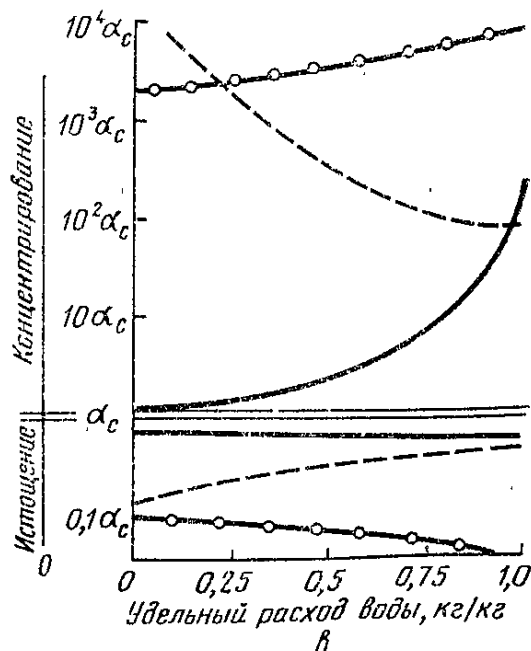
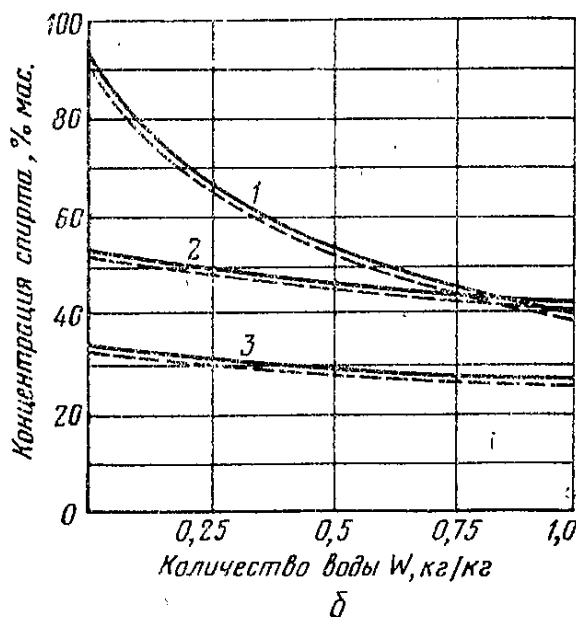
Количество воды, кг на 1 кг спирта	L/G	L'/G	Концентрация спирта, % мас.		
			в кубе	на тарелке	
				питания	верхней
0	3,97	1	33,8	53,6	93,25
0,25	4,4	1,42	21,2	49,7	67,0
0,5	4,8	1,85	28,9	46,2	53,7
0,75	5,22	2,27	7,0	43,3	44,8
1,0	5,63	2,65	25,3	40,8	39,0



На рис. 72, б показано изменение концентрации элюрата, жидкости на тарелке питания элюрационной колонны в зависимости от количества по-

Рис. 72. Графики изменения концентрации спирта и примесей при гидро-селекции:

а: 1,1' — $W=0$ кг/кг; 2,2' — $W=0,25$ кг/кг; 3,3' — $W=0,5$ кг/кг; 4,4' — $W=0,75$ кг/кг; 5,5' — $W=1,0$ кг/кг; б: 1 — верхняя тарелка; 2 — тарелка питания; 3 — элюрат; — — — уксусноизоамиловый эфир; - - - - - уксусный альдегид; —○—○—○— уксусноэтиловый эфир



даваемой воды при концентрации спирта-сырца 50% об. и удельном расходе пара 0,6 кг на 1 кг безводного спирта-сырца, вводимого в колонну. С увеличением подачи воды быстро понижается концентрация спирта на верхней тарелке.

Предельное количество воды, которое может быть подано в колонну при данных условиях, равно примерно 0,9 кг на 1 кг вводимого в колонну спирта. При этом концентрация спирта в верхней части колонны будет постоянной и равной концентрации его на тарелке питания.

Рассмотрим влияние воды на извлечение примесей, принимая, что извлечение происходит при максимальной концентрации спирта, соответствующей концентрации его на тарелке питания.

По номограмме (см. рис. 68) определена кратность извлечения для двух головных и одной промежуточной примесей: $\alpha_c/\alpha_o = f(KG/L, n)$.

Результаты расчета сведены в табл. 7.

Таблица 7

Кратность извлечения различных примесей в зависимости от количества введенной воды

Примесь	При введении воды, кг на 1 кг спирта									
	0		0,25		0,5		0,75		1,0	
	K	α_c/α_o	K	α_c/α_o	K	α_c/α_o	K	α_c/α_o	K	α_c/α_o
Уксусный альдегид	3,95	9	4,05	6,5	4,15	5,5	4,25	4,6	4,4	4
Уксусноэтиловый эфир	4,2	12	4,6	11	5,2	13	5,7	14	6,3	15
Уксусноизоамиловый эфир	1,6	1,7	1,9	1,8	2,3	1,9	2,7	2,1	3,1	2,2

Из данных табл. 7 следует, что подача воды (что равноценно разбавлению вводимого в колонну исходного продукта) несколько улучшает кратность извлечения уксусноэтилового и уксусноизоамилового эфира и значительно ухудшает извлечение уксусного альдегида.

Чтобы компенсировать ухудшение извлечения уксусного альдегида при подаче воды в колонну, следует увеличить подачу пара. Увеличение расхода пара до 0,75 кг полностью компенсирует этот недостаток за счет подачи в колонну воды в количестве 0,5 кг на 1 кг спирта. Кратность извлечения уксусноэтилового и уксусноизоамилового эфиров с увеличением подачи пара возрастает соответственно в 1,5 и 1,05 раза.

Для оценки влияния подачи воды на работу концентрационной части колонны важно знать изменение величины коэффициентов испарения примесей и кратности концентрирования в соответствии с концентрацией спирта на ее тарелках. В табл. 8 приведены минимальные значения коэффициента испарения, соответствующие мак-

симальной концентрации спирта на верхней тарелке концентрационной части колонны, и значения кратности концентрирования примесей.

На рис. 72, б показано изменение концентраций примесей на верхней тарелке концентрационной части колонны в зависимости от количества подаваемой воды при 8 теоретических тарелках и полном насыщении колонны.

Таблица 8

Кратность концентрирования различных примесей в зависимости от подачи воды

Примесь	При подаче воды, кг на 1 кг спирта							
	0		0,25		0,5		0,75	
	K	α_D/α_0	K	α_D/α_0	K	α_D/α_0	K	α_D/α_0^8
Уксусный альдегид	3,3	15900	3,7	2090	3,95	427	4,2	138
Уксусноэтиловый эфир	2,05	550	3,2	640	4,2	700	5,3	880
Уксусноизоамиловый эфир	0,55	0,0084	0,9	0,04	1,6	0,33	2,6	8,4

Концентрации примесей определялись расчетами от тарелки к тарелке по формуле

$$\alpha_{n+1}/\alpha_n = KG/L, \quad (93)$$

где α_n — концентрация примеси на n -й тарелке.

Из рисунка видно, что концентрирование уксусного альдегида при увеличении подачи воды уменьшается, а уксусноэтилового и

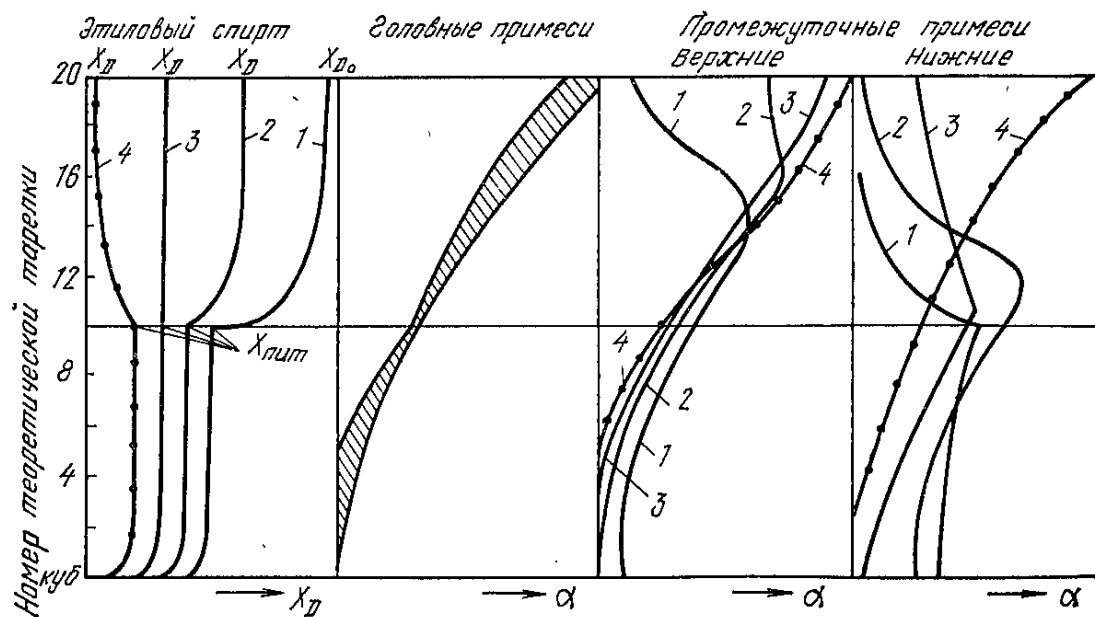


Рис. 73. Характер распределения спирта и его примесей по колонне при вводе различного количества воды на гидроселекцию:

1 — $W=0$; ввод воды, обеспечивающий: 2 — $X_{D0} > X_D > X_{лит}$; 3 — $X_D = X_{лит}$; 4 — $X_D < X_{лит}$

уксусноизоамилового эфиров — увеличивается. При подаче воды менее 0,6 кг на 1 кг спирта концентрация уксусноизоамилового эфира выше тарелки питания уменьшается. При подаче воды более 0,6 кг уксусноизоамиловый эфир концентрируется и выводится вместе с головными примесями. Изомасляноэтиловый и изоверерианоэтиловый эфиры, имеющие большие значения коэффициента испарения, перейдут в локальных условиях в группу головных примесей даже при меньшем количестве вводимой в колонну воды. Предотвратить ухудшение концентрирования уксусного альдегида можно небольшим увеличением удельного расхода пара.

Приведенный анализ показывает целесообразность подачи воды на верхнюю тарелку элюационной колонны для выделения примесей (особенно промежуточного характера)¹.

Таблица 9

Изменение концентрации спирта в зависимости от подачи воды (при отборе дистиллята)

Количество введенной воды, кг на 1 кг спирта	L/G	L'/G	Концентрация спирта, % мас.		
			в кубе	на тарелке	
				питания	верхней
0	3,94	0,975	32,6	53,0	92,7
0,25	4,36	1,39	30,01	48,0	65,2
0,5	4,78	1,82	27,9	45,5	51,7
0,75	5,2	2,24	26,0	42,6	43,2
1,0	5,6	2,64	24,3	40,1	36,7

Рассмотрим характер распределения спирта по тарелкам при отборе 5% дистиллята от вводимого в элюационную колонну спирта (табл. 9 и 10).

Сравнивая данные табл. 9 и 10, 6 и 7, а также положение рабочих линий на диаграмме (для случая с отбором дистиллята эти линии на рис. 72 нанесены пунктиром), можно сделать вывод, что отбор дистиллята не оказывает существенного влияния на распределение концентраций спирта по высоте колонны и на характер движения примесей. Таким образом, выводы, сделанные при анализе работы элюационной колонны с задержками, остаются в силе и в случае работы ее с отбором дистиллята. На рис. 73 показан общий характер изменения распределения спирта и его примесей при подаче различного количества воды на гидроселекцию.

¹ А. П. Николаев [11], пользуясь новейшими данными о фазовом равновесии, показал, что при промежуточном вводе воды на гидроселекцию увеличение расхода воды приводит к улучшению извлечения всех примесей при постоянном удельном расходе пара, а увеличение расхода пара приводит к увеличению кратности извлечения примесей, кроме диацетила. Гидроселекция позволяет достичь необходимой степени извлечения примесей при меньшем удельном расходе пара.

Кратность извлечения различных примесей в зависимости от подачи воды
(при отборе дистиллята)

Примесь	При подаче воды, кг на 1 кг безводного спирта									
	0		0,25		0,5		0,75		1,0	
	K	α_c/α_n	K	α_c/α_n	K	α_c/α_n	K	α_c/α_n	K	α_c/α_n
Уксусный альдегид	4,0	9,5	4,05	7,0	4,2	5,5	4,3	4,7	4,4	4,2
Уксусноэтиловый эфир	4,25	12,5	4,65	12	5,2	13	5,75	14,5	6,6	16,1
Уксусноизоамиловый эфир	1,65	1,75	1,95	1,8	2,4	2,0	2,75	2,1	3,2	2,3

Ввод воды на верхнюю тарелку приводит к снижению концентрации спирта в головной фракции. В ряде случаев это нежелательно, поэтому возможен ввод воды на гидроселекцию и ниже верхней тарелки, например на 35-ю, считая снизу, при наличии в колонне 40 тарелок. В этом случае от тарелки питания (например, 20-й) до 30-й тарелки установится зона сравнительно низких концентраций спирта, а выше — высоких, что позволяет создать условия для концентрирования в этой зоне промежуточных примесей, откуда может быть организован их отвод. Такой прием позволил ВНИИПрБу создать брагоректификационную установку с направленным выделением промежуточных примесей (сивушного масла) из элюационной колонны, что привело к повышению качества спирта и увеличению производительности спиртовой колонны (см. рис. 16 и 24).

Расчет расхода пара на элюацию

Расчет расхода пара на элюацию проще всего вести на основании графиков, изображенных на рис. 68. На рис. 68, б нанесены кривые коэффициентов испарения (K) различных примесей в зависимости от концентрации спирта и кривые изменения L/G в зависимости от концентрации спирта в исходном продукте (питании) X , подвергающемся элюации при различном удельном расходе греющего пара (P) на 1 кг вводимого в колонну безводного спирта.

Сопоставляя кривые коэффициентов испарения K и кривые изменения L/G , можно сделать вывод, что муравьиноэтиловый и уксусноэтиловый эфиры должны хорошо извлекаться при удельном расходе пара 0,3 кг/кг, т. е. во всем диапазоне изменения концентрации спирта коэффициенты испарения их значительно больше L/G . В то же время уксусноэтиловый эфир и уксусный альдегид будут извлекаться плохо, так как для них значения K в основном меньше L/G . Отсюда можно сделать вывод, что удельный расход