

В. Н. СТАВНИКОВ

ПЕРЕГОНКА
И РЕКТИФИКАЦИЯ
ЭТИЛОВОГО
СПИРТА

2-е издание

Издательство «ПИЩЕВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ»
МОСКВА, 1969

«Перегонка и ректификация этилового спирта».
В. Н. Стабников. Изд. 2-е 1969 г. Стр. 456.

В книге излагается современное состояние теории и практики процесса ректификации.

Рассматриваются физико-химические основы перегонки спирта, механизм процесса перегонки и ректификации, основные принципы конструирования и расчета контактных устройств, моделирование ректификационных установок.

Приводятся новые конструкции контактных устройств и их сравнительная характеристика.

Отдельные главы отводятся изложению теории перегонки бинарных смесей, расчету брагоперегонных аппаратов, теоретических основ ректификации спирта, расчету ректификационных и брагоректификационных аппаратов.

Кроме того, описываются аппараты с использованием вторичного пара, схемы автоматизации контроля и управления аппаратами, рассматривается оптимизация ректификационных колонн.

Книга рассчитана на инженерно-технических работников спиртовых и химических предприятий, вырабатывающих спирт или использующих его как сырье.

Таблиц 107, иллюстраций 189, библиография — 429 названий.

Соотношения между некоторыми единицами системы СИ и единицами других систем, употребляемых в книге

Единицы других систем	Выражения их в системе СИ
Единицы массы	
1 Г	10^{-3} кг
1 т	10^3 кг
Единицы силы	
1 дин	10^{-5} н
1 кгс	9,81 н
Единицы работы, энергии	
1 кгсм	9,81 дж
1 ккал	4187 дж (4,187 кдж)
Единицы мощности	
1 кгсм/сек	9,81 вт
1 л. с.	736 вт
1 ккал/ч	1,163 вт
Единицы давления	
1 кгс/м ²	9,81 н/м ²
1 ат (техническая)	$9,81 \cdot 10^4$ н/м ²
1 атм (физическая)	$1,01 \cdot 10^5$ н/м ²
1 мм рт. ст.	133,322 н/м ²
1 мм вод. ст.	9,81 н/м ²
1 бар = 1 атм	10^5 н/м ²
Единицы вязкости	
1 пуаз (пз)	10^{-1} н·сек/м ²
1 спз	10^{-3} н·сек/м ²
1 кгс·сек/м ²	9,81 н·сек/м ²
Единицы удельной теплоты испарения	
1 ккал/(кг·град)	4187 дж/кг = 4,187 кдж/кг
Единицы удельной теплоемкости	
1 ккал/(кг·град)	4187 дж/(кг·град)
Коэффициент теплопроводности	
1 ккал/(м·ч·град)	1,163 вт/(м·град)
Коэффициент теплопередачи и теплоотдачи	
1 ккал/(м ² ·ч·град)	1,163 вт/(м ² ·град) или 4,187 кдж/(м ² ·ч·град)

ПРИНЯТЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

Нижекипящий компонент	и. к.
Вышекипящий компонент	в. к.
Содержание н. к. в жидкой фазе	x
Содержание н. к. в парах	y
Флегмовое число	$u=f/D$
Количество флегмы в колонне укрепления в молях	f
Количество дистиллята в молях	D
Содержание н. к. в дистилляте, % <i>мол</i>	x_D
Минимальное флегмовое число	$u_{\text{мин}}$
Коэффициент испарения этилового спирта	K
Коэффициент ректификации этилового спирта	K'
Коэффициент испарения примеси	α
Коэффициент ректификации примеси	β
Количество питания, моли	M
Содержание н. к. в питании	x_M
Количество остатка после перегонки, моли	R
Содержание н. к. в остатке, % <i>мол</i>	x_R
Количество молей в жидкостном потоке колонны истощения	Φ
Количество молей в паровом потоке	G
Отношение содержания молей в питании к количеству молей в дистилляте (M/D)	u
Расход пара, кг или моли	P
Объем паров в m^3	V
Парциальное давление компонентов сложной смеси	p_a, p_b
Давление пара чистого компонента	P_a, P_b
Число теоретических тарелок	ч. т. т.
Число единиц переноса	ч. е. п.
Коэффициент полезного действия	к. п. д.
Высота, эквивалентная единице переноса массы	в. э. е. п.

СОКРАЩЕННЫЕ НАИМЕНОВАНИЯ НАУЧНЫХ УЧРЕЖДЕНИЙ

1. Всесоюзный научно-исследовательский институт спиртовой и ликероводочной промышленности — ВНИИСЛ (ранее ВНИИСП, ЦНИИСП, ВНИИФС).

2. Украинский научно-исследовательский институт спиртовой и ликероводочной промышленности — УкрНИИСП (бывший КФ ЦНИИСП и КФ ВНИИСП).

3. Киевский технологический институт пищевой промышленности — КТИП.

4. Всесоюзный научно-исследовательский институт гидролизной и сульфитно-спиртовой промышленности — ВНИИГС.

О Т А В Т О Р А

Внедрение непрерывных методов работы в спиртовой промышленности, механизация и автоматизация производства позволили значительно повысить производительность труда и улучшить технико-экономические показатели. Однако имеются еще неиспользованные возможности и резервы, которые могут быть вскрыты на основе анализа производственного опыта и глубокого научного изучения технологических процессов.

Перегонка и ректификация являются важными процессами в ряде пищевых производств, получающих или перерабатывающих спирт. Под перегонкой в спиртовой и родственных ей отраслях промышленности понимают технологический процесс получения спирта-сырца из бражки. Под ректификацией понимают процесс очистки спирта-сырца от примесей. Оба эти процесса имеют много общего и относятся к процессам массообмена, проводимым чаще всего в тарелочных колонных аппаратах.

Глубокое изучение процесса перегонки и ректификации — необходимая предпосылка дальнейшего подъема производства. Богатый опыт, накопленный промышленностью, требует теоретического освещения, без которого невозможно дальнейшее продвижение вперед. Большой интерес представляет также опыт смежных областей производства, использующих процессы перегонки. Мощное развитие химической и нефтяной промышленности обогатило эту область техники новыми конструкциями аппаратов, которые еще не получили применения в пищевой промышленности.

В предлагаемой книге освещается производственный опыт и многочисленные исследования в области перегонки и ректификации спирта, получаемого из пищевого сырья, проведенные в Советском Союзе и за рубежом.

В настоящем, втором, издании книги значительно расширены главы, рассматривающие равновесие в системах спиртового производства, схемы брагоректификационных аппаратов, автоматизацию управления аппаратами. При подготовке книги к новому изданию использованы труды отечественных и зарубежных исследователей, опубликованные в последние годы. Некоторые главы, не имеющие прямого отношения к теме, опущены.

Автор надеется, что его работа будет содействовать углублению познания процесса перегонки и созданию новых методов работы, повышающих производительность труда, уменьшающих потери и улучшающих качество продукции.

ВВЕДЕНИЕ

§ 1. РОЛЬ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В НАРОДНОМ ХОЗЯЙСТВЕ И МАСШТАБЫ ЕГО ПРОИЗВОДСТВА

Этиловый (винный) спирт является одним из веществ, играющих громадную роль в народном хозяйстве. В одних отраслях он используется как основное сырье, в других — как вспомогательный материал.

Этиловый спирт употребляют более 150 различных производств. Он применяется также для изготовления различных алкогольных напитков, в медицине, как горючее и моторное топливо.

Общий объем мирового производства этилового спирта на 1963 г. составил 600 млн. дал, из них на долю СССР приходится около 33% [1].

Масштабы производства этилового спирта в дореволюционной России и в СССР приведены в табл. 1 [1, 2, 3, 4, 5, 6].

Широкое развитие производства этилового спирта в после-революционный период было обусловлено потребностями раз-

Таблица 1

Производство спирта за 1913—1965 гг.
(млн. дал)

Год	Всего	Из пищевого сырья	Из пищевого сырья	Год	Всего	Из пищевого сырья	Из пищевого сырья
1913	55,2	—	—	1946	33,6	1,3	32,3
1928	23,3	—	—	1948	54,9	3,3	51,6
1929	21,0	—	—	1950	73,0	6,2	66,8
1930	27,9	—	—	1951	81,0	7,7	73,3
1931	38,9	—	—	1953	105,7	13,7	92,0
1932	36,5	—	—	1955	127,7	20,0	107,7
1933	38,8	—	—	1956	128,8	25,6	103,2
1934	47,2	—	—	1957	157,2	32,7	124,5
1935	60,7	—	—	1959	169,9	58,8	110,1
1936	69,5	—	—	1960	170,7	65,4	105,3
1937	76,7	—	—	1961	184,0	67,0	117,0
1938	93,2	—	—	1962	203,7	71,4	132,3
1940	89,9	—	—	1963	196,6	80,4	116,2
1945	26,5	—	—	1965	235,1	107,3	127,8

вивающейся синтетической промышленности и особенно промышленности синтетического каучука.

§ 2. ИСТОЧНИКИ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Как видно из данных табл. 1, роль непищевого сырья в производстве этилового спирта за 1946—1965 гг. непрерывно возрастает.

Развитие производства синтетического спирта существенно изменило сырьевую базу. Если ранее основная масса спирта вырабатывалась из пищевого сырья и этот спирт использовался также и на технические цели, то в настоящее время большая часть технических потребностей покрывается за счет синтетического спирта [7].

Спирт, получаемый из пищевого сырья, идет преимущественно на приготовление напитков, для медицинских целей и на изготовление парфюмерных изделий [8].

Ниже показано изменение соотношения расхода спирта, получаемого из пищевого сырья, на технические цели и на нужды пищевых производств (в %).

Годы	На технические цели	На пищевые производства
1950	57,6	42,4
1955	54,7	45,3
1960	28,7	71,3

В дальнейшем предполагается полностью прекратить использование спирта, получаемого из пищевого сырья, на технические цели [8, 9].

Вместе с тем характер сырья, именуемого пищевым, также за последние годы сильно изменился. Значительно вырос удельный вес мелассного спирта и спирта, получаемого из дефектного сырья и сахарной свеклы.

В 1958 г. мелассный спирт составил 42%, в 1959 г. 50,2%, в 1960 г. 50,5% от общей выработки спирта из пищевого сырья. В дальнейшие годы намечается примерно такой же уровень производства мелассного спирта. На заводах Украинской ССР этот спирт составит около 90% от всего объема производства.

Начиная с 1961 г. спиртовые заводы получают для переработки значительное количество сахарной свеклы.

§ 3. ЗАДАЧИ РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА, ПОЛУЧАЕМОГО ИЗ ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ, В СОВРЕМЕННЫХ УСЛОВИЯХ

Производство спирта из разнообразного сырья (мелассы, сахарной свеклы и дефектного зерна) усложняет процесс ректификации его на спиртовых и ликеро-водочных заводах, поскольку основная масса напитков изготавливается из спирта высшей очистки. Следует заметить, что в период, когда большая

часть спирта, вырабатываемого из пищевого сырья, шла на технические нужды, заводы оборудовались в основном брагопегонными аппаратами, вырабатывавшими сырец [10].

Новые условия поставили перед промышленностью задачу производить спирт-ректификат на тех предприятиях, которые ранее вырабатывали только спирт-сырец.

Размеры производства ректификата (из сырца и непосредственно из бражки) весьма велики. На начало 1964 г. спирт-ректификат вырабатывали на 201 спиртовом и 18 ликеро-водочных заводах. Общая годовая мощность ректификационных установок составила 120 млн. дал.

Рост производства ректификата показан в табл. 2.

Таблица 2

Производство спирта-ректификата за 1960—1966 гг.
(в млн дал)

Год	Спирт пищевой		Спирт-ректификат	
	всего	в том числе направлено на ректификацию	всего	в том числе высшей очистки
1960	105,3	80,0	76,4	35,1
1961	117,0	85,9	81,5	44,8
1962	132,3	98,4	93,7	57,2
1963	116,2	102,0	96,0	59,0
1966	123,0	119,0	115,0	75,0

Из данных табл. 2 видно, что производство ректификата непрерывно возрастало, при этом доля спирта высшей очистки — очень значительно.

Задача, стоящая перед ректификационными отделениями заводов в настоящее время, заключается в том, чтобы давать спирт высшей очистки из любого сырья с минимальными затратами тепла. Эта задача весьма сложна и требует глубокого знания процесса. Вследствие этого в последнее десятилетие научно-исследовательскими институтами спиртовой и ликеро-водочной промышленности, технологическими институтами пищевой промышленности, заводскими лабораториями и инженерно-техническим персоналом заводов были проведены исследования, которые привели к успехам в изучении процесса ректификации спирта.

§ 4. ТРЕБОВАНИЯ СТАНДАРТА

Как видно из изложенного выше, перед спиртовой промышленностью, производящей спирт из пищевого сырья, стоит большая и сложная задача — получать в основном спирт высшей очистки.

С 1-го января 1968 г. вступил в действие новый стандарт на спирт этиловый-сырец (ГОСТ 131—67).

В зависимости от вида сырья стандарт различает спирт-сырец, выработанный:

- 1) из зерна; из картофеля; из зерна и картофеля;
- 2) из смеси зерна, картофеля, сахарной свеклы и мелассы в различных соотношениях;
- 3) из мелассы.

По органолептическим показателям спирт-сырец должен быть бесцветной прозрачной жидкостью без посторонних частиц. Он должен иметь вкус и запах, характерные для спирта-сырца, выработанного из соответствующих видов сырья, без привкуса и запаха посторонних веществ. По физико-химическим показателям спирт-сырец должен удовлетворять требованиям, приведенным в табл. 3.

Таблица 3

Показатели	Показатели спирта-сырца		
	Нормы для спирта-сырца		
	из зерна, картофеля или из зерна и картофеля	из смеси зерна, картофеля, сахарной свеклы и мелассы	из мелассы
Содержание этилового спирта, % об., не менее	88	88	88
Содержание альдегидов в пересчете на уксусный, в 1 л безводного спирта, мг, не более	300	300	500
Содержание эфиров в пересчете на уксусно-этиловый эфир, в 1 л безводного спирта, мг, не более	500	500	700
Содержание сивушного масла в пересчете на смесь изомамилового и изобутилового спиртов (3:1) в 1 л безводного спирта, мг, не более	5000	5000	5000
Содержание метилового спирта в пересчете на безводный спирт, % об., не более	0,13	0,13	—

7/1 1967 г. Комитет стандартов мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР утвердил новый стандарт на спирт этиловый ректификованный (ГОСТ 5962—67).

Этот стандарт предусматривает выпуск трех видов спирта этилового ректификованного: а) экстра, б) высшей очистки, в) I сорта.

Спирт экстра изготавливается из кондиционного зерна. Спирт высшей очистки и I сорта изготавливается: а) из зерна, картофеля или зерна и картофеля; б) из смеси зерна, картофеля, сахарной свеклы и мелассы в различных соотношениях; в) из мелассы.

По органолептическим показателям все виды спиртов должны быть прозрачными бесцветными и не должны содержать посторонних частиц. Вкус и запах должны быть характерными для каждого вида этилового спирта, вырабатываемого из соответствующего сырья, без привкуса и запаха посторонних веществ.

Физико-химические характеристики ректификованного спирта в соответствии с требованием ГОСТа приведены в табл. 4.

Таблица 4

Физико-химические характеристики ректификованного спирта

Показатели	Спирт-ректификат		
	экстра	высшей очистки	I сорта
Крепость, % об., не менее	96,5	96,2	96,0
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает		
Проба на окисляемость, мин, при 20°С, не менее	20	15	10
Содержание альдегидов в пересчете на уксусный в 1 л безводного спирта, мг, не более	2	4	10
Содержание сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1) в 1 л безводного спирта, мг, не более	3	4	15
Содержание эфиров в пересчете на уксусноэтиловый в 1 л безводного спирта, мг, не более	25	30	50
Проба на метиловый спирт с фуксинсернистой кислотой	Выдерживает		
Содержание свободных кислот (без CO ₂) в 1 л безводного спирта, мг, не более	12	15	20
Содержание фурфурола	Не допускается		

Комитет стандартов утвердил также ГОСТ 5963—67 на спирт этиловый питьевой 95%-ный. Согласно этому стандарту для изготовления питьевого спирта должны применяться: спирт высшей очистки, выработанный из зерна, картофеля или из зерна и картофеля; вода питьевая (ГОСТ 2874—54), имеющая общую жесткость не более 1 мг-экв/л для естественной неумягченной воды и до 0,36 мг-экв/л для умягченной воды.

По органолептическим показателям спирт должен быть прозрачным и бесцветным. Он должен иметь вкус и запах, характерные для спирта высшей очистки, без привкуса и запаха посторонних веществ. Физико-химическая характеристика питьевого спирта дана ниже.

Физико-химическая характеристика питьевого спирта

Крепость, %	95,0 ± 0,2
Содержание альдегидов в пересчете на уксусный в 1 л безводного спирта, мг, не более	4
Содержание сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1) в 1 л безводного спирта, мг, не более	4

Содержание эфиров в пересчете на уксусноэтиловый в 1 л безводного спирта, мг, не более	30
Проба на метиловый спирт с фуксинсернистой кислотой	Выдерживает
Содержание фурфурола	Не допускается
Содержание свободных кислот (без CO ₂) в 1 л безводного спирта, мг, не более	15

Все стандарты введены с 1/1 1968 г.

§ 5. СОВРЕМЕННЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К РЕКТИФИКАЦИОННЫМ АППАРАТАМ

Способы получения этилового спирта очень разнообразны. Поступающие на ректификацию продукты также весьма разнообразны по количеству и качественному составу примесей.

Конечные продукты ректификации при получении спирта для пищевых целей, согласно стандарту, должны обладать большой чистотой.

В связи с этим к аппаратам для перегонки и ректификации должны быть предъявлены высокие требования. Эти аппараты должны обладать высокой эффективностью в отношении очистки спирта от примесей при работе в различных условиях и вместе с тем должны быть экономичными в отношении расхода пара и воды.

Вопрос о комплексной автоматизации брагоректификационных аппаратов еще полностью не решен. Для этой цели предложено много схем, однако внедрению их в заводскую практику должна предшествовать большая работа.

Суммируя все сказанное, можно сформулировать основные требования, предъявляемые к современному ректификационному аппарату: высокая эффективность, экономичность, комплексная автоматизация управления.

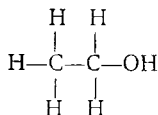
ЛИТЕРАТУРА

1. Гречишникова О. К. Труды ВНИИФСа. Вып. XVI, 1965.
2. Статистический сборник «Промышленность СССР». Госстатиздат. 1957
3. «Народное хозяйство СССР в 1964 г.» Статистический ежегодник ЦСУ СССР, 1965.
4. Пыхов В. Г. Экономика, организация и планирование спиртового производства. Изд-во «Пищевая промышленность», 1966.
5. Контрольные цифры развития народного хозяйства СССР на 1959—1965 гг. Госполитиздат, 1958.
6. Арефьев И. И. «Спиртовая промышленность», 1961, № 6.
7. Федоренко Н. П., Шупок Б. П., Маркевич В. А. «Химическая промышленность», 1958, № 2.
8. Стабников В. М., Мальцев П. М., Ройтер I. М., Метюшев Б. Д. Этиловый спирт. Київ, Державне видавництво технічної літератури. УРСР, 1959.
9. Пыхов В. Г. «Спиртовая промышленность», 1959, № 8.
10. Арефьев И. И. «Спиртовая промышленность», 1957, № 4.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПЕРЕГОНКИ СПИРТА

§ 1. ОСНОВНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Этиловый спирт (этанол, или винный спирт) принадлежит к гомологическому ряду одноатомных предельных спиртов, или алкоголей. Этот ряд имеет общую формулу $C_nH_{2n+2}O$. Этиловый спирт является вторым членом ряда, для него $n=2$ и формула его имеет вид C_2H_6O , или CH_3CH_2OH . Структурная формула этилового спирта



Молекулярная масса этилового спирта равна 46,07.

Химические свойства этилового спирта определяются наличием атома водорода в гидроксильной группе; наличием гидроксила; свойствами радикала CH_3-CH_2 [1].

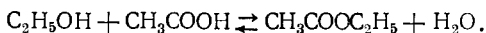
Водородный атом гидроксильной группы под действием щелочных металлов заменяется на металл. При этом образуются твердые соединения — алкоголяты, растворимые в спирте. Общая формула этих соединений C_2H_5OMe , где Me — щелочной металл. Так, при взаимодействии металлического натрия со спиртом получается алкоголят натрия C_2H_5ONa .

Алкоголяты образуются также при взаимодействии этилового спирта со щелочноземельными металлами, алюминием и некоторыми другими металлами, в частности с железом.

Алкоголяты железа были обнаружены в осадках, собранных на дне стальных спиртохранилищ.

Под действием воды на алкоголят вновь образуется спирт и гидрат окиси металла.

При действии на этиловый спирт кислот происходит образование сложных эфиров. Так, например, при взаимодействии с уксусной кислотой реакция идет по следующей схеме:



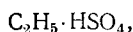
Таким образом, получается уксусноэтиловый эфир, или этилацетат.

Если реакция этерификации идет в разбавленных водно-спиртовых растворах, то скорость реакции возрастает с увеличением концентрации кислоты в исходной водно-спиртовой смеси.

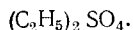
Скорость реакции резко возрастает с увеличением температуры, а также с уменьшением крепости спирта и уменьшением концентрации эфиров, если они присутствуют в первоначальной смеси.

Присутствие меди и железа несколько увеличивает скорость реакции этерификации [2, 3].

При взаимодействии с двухосновной серной кислотой может образоваться или кислый сложный эфир



или средний эфир



Реакции этерификации обратимы.

Обратная реакция — присоединение воды с образованием спирта и кислоты — носит название омыления, или гидролиза. Предел этерификации ограничивается состоянием равновесия.

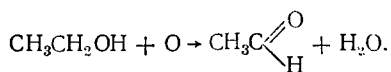
Этерификация слабыми минеральными и органическими кислотами идет медленно. В присутствии сильных минеральных кислот реакция ускоряется. В реакции этерификации спирт проявляет слабые основные свойства, а в реакции образования алкоголятов еще более слабые кислотные свойства. В этом отношении он аналогичен воде.

При отнятии одной молекулы воды от двух молекул этилового спирта образуется простой эфир, или ангидрид спирта. Эта реакция происходит при нагревании спирта с серной кислотой или при пропускании паров спирта через слой катализатора, которым служит безводный сернокислый алюминий, или безводные квасцы.

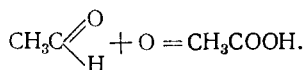
При отнятии одной молекулы воды от одной молекулы спирта получается этилен C_2H_4 .

Для техники перегонки и очистки спирта, а также для контроля производства имеют большое значение реакции его окисления.

В первой стадии окисления этиловый спирт переходит в уксусный альдегид по реакции:

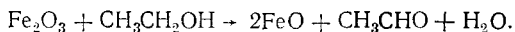
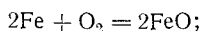


При дальнейшем окислении уксусный альдегид переходит в уксусную кислоту:



Процесс образования уксусного альдегида из спирта наблюдается при хранении его в условиях соприкосновения с окислами железа и кислородом.

Реакции, происходящие при этом [2], могут быть представлены следующим образом:



А. С. Егоров и Д. А. Козлова [4] проверили экспериментально возможность и условия образования альдегида при контактировании спирта с ржавым железом и пришли к заключению, что при этом действительно происходит образование альдегида.

§ 2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭТИЛОВОГО СПИРТА [1]

Для исследования вопросов, связанных с процессами перегонки и ректификации, имеют большое значение следующие свойства этилового спирта: упругость пара, теплота парообразования, теплоемкость, плотность. Рассмотрим эти свойства.

Давление пара безводного этилового спирта представлено в табл. I—1. Для сопоставления в той же таблице приведено давление паров воды.

Таблица I-1
Давление паров этилового спирта и воды, мм рт. ст.
(по данным Рамзай—Юнга)

Температура, °С	Давление пара		Температура, °С	Давление пара	
	этиловый спирт	вода		этиловый спирт	вода
0	12,24	4,57	110	2 359,8	1 075,37
10	23,77	9,14	120	3 223	1 491,28
20	44,00	17,36	130	4 320	2 030,28
30	78,66	31,51	140	5 668	2 717,63
40	133,42	54,87	150	7 326	3 581,23
50	219,82	91,98	160	9 366	4 651,62
60	350,2	148,89	170	11 856	5 961,66
70	540,9	233,31	180	14 763	7 546,92
80	811,8	354,87	190	18 178	9 442,70
90	1186,5	525,47	200	22 164	11 688,96
100	1692,3	760,00			

Сопоставляя давление паров воды и этилового спирта, можно заключить, что при любой температуре давление паров спирта выше давления паров воды, причем в условиях низких температур это различие больше, чем при высоких температурах. Отношение давления паров спирта и воды составляет при 0°C 2,7, а при 200°C оно равно 1,9. Следовательно, при одинаковом давлении температура кипения спирта будет ниже, чем воды. А это значит, что по отношению к воде спирт является более летучим и нижекипящим (н. к.), а вода по отношению к спирту — вышекипящим компонентом (в. к.). Это определяет поведение спирта в процессе перегонки.

Для определения давления пара этанола предложена следующая функциональная зависимость [5], в которой P выражено в н/м^2 , а температура — в градусах Кельвина.

В интервале температур от $208,16$ до $383,16^{\circ}\text{K}$

$$\lg P = -\frac{2000}{T} - 0,00002071677T^2 + 0,0153943T + 7,8535. \quad (I-1)$$

В интервале температур от $383,17$ до $516,26^{\circ}\text{K}$

$$\lg P = -\frac{2000}{T} - 0,00037525T + 10,87407. \quad (I-2)$$

При определении величины давления паров этанола по этим формулам отклонения от экспериментальных данных, за исключением некоторых точек, не превышают 2%.

Большое значение для тепловых расчетов в области ректификации имеют данные о теплоте испарения безводного спирта.

В литературе приводится много экспериментальных данных о теплоте испарения этанола при различных температурах (давлениях) кипения. Данные различных авторов для одной и той же температуры кипения не совпадают, что объясняется различием в методике экспериментов и неодинаковым качеством исследуемого спирта.

Справочник технической энциклопедии [6] приводит критически отобранные значения молекулярных теплот испарения этанола по данным различных исследователей, работавших в период с 1896 по 1926 г.

На рис. I—1 графически представлены молекулярные теплоты испарения спирта. На графике нанесена кривая по данным Справочника технической энциклопедии; данные прочих авторов представлены точками. Точки по опытам Юнга хорошо ложатся на кривую.

Мариёе дает более высокие значения теплоты испарения, чем другие авторы. Неплохо совпадают с кривой данные Фиока. На основании изложенного мы считаем, что в основу тепловых расчетов можно взять данные Технической энциклопедии. На

рис. 1—2 представлен график зависимости теплоты испарения от температуры.

В табл. 1—2 приведены рекомендуемые значения теплот испарения безводного спирта, данные с точностью до 1 ккал/кг,

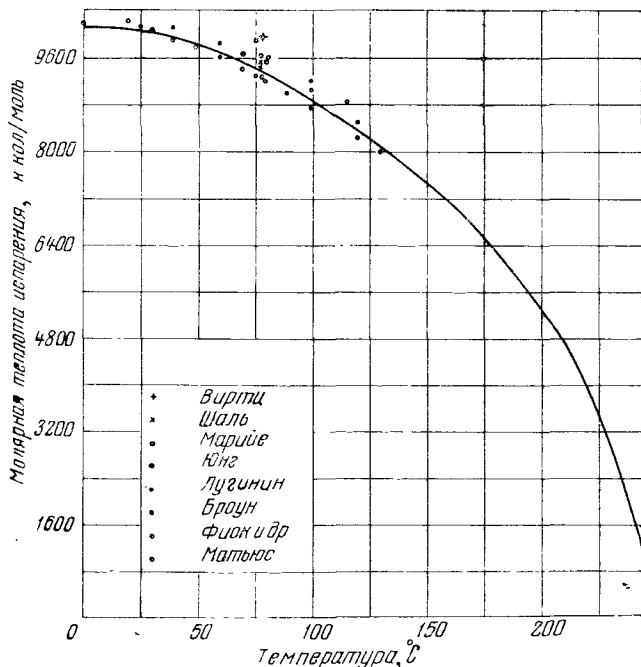


Рис. 1-1. Молекулярная теплота испарения этилового спирта по данным различных авторов.

достаточной для расчетов в области перегонки. Эти значения близки к данным Юнга и значительно отличаются от данных Марийе.

Таблица 1-2
Теплота испарения этанола в зависимости от давления

Давление, ата	Скрытая теплота испарения, ккал/кг	Давление, ата	Скрытая теплота испарения, ккал/кг
0,5	210	6	175
1	204	7	172
2	196	8	169
3	189	9	166
4	184	10	163
5	180		

Теплоемкость водно-спиртовых растворов
[в ккал/(кг·град)]

Содержание спирта, % мас.	Удельная теплоемкость при температуре, °С														
	0	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140	150
5	1,03	1,01	1,01	1,01	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02	1,02
10	1,05	1,02	1,02	1,02	1,02	1,03	1,03	1,03	1,03	1,04	1,04	1,04	1,04	1,05	1,05
20	1,04	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03	1,03
30	1,00	1,02	1,02	1,02	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,11	1,12	1,13	1,14	1,15
40	0,94	0,98	0,98	0,98	1,00	1,02	1,04	1,05	1,06	1,07	1,08	1,09	1,10	1,12	1,13
50	0,87	0,92	0,92	0,93	0,96	0,98	1,01	1,03	1,05	1,07	1,09	1,10	1,12	1,14	1,16
60	0,80	0,86	0,86	0,87	0,92	0,94	0,98	1,01	1,04	1,07	1,10	1,13	1,16	1,19	1,22
70	0,75	0,80	0,80	0,81	0,88	0,90	0,94	0,98	1,02	1,06	1,10	1,14	1,18	1,22	1,26
80	0,67	0,73	0,74	0,75	0,77	0,82	0,87	0,92	0,97	1,02	1,07	1,12	1,17	1,22	1,27
90	0,61	0,66	0,67	0,68	0,70	0,75	0,80	0,85	0,90	0,95	1,00	1,05	1,10	1,15	1,20
100	0,54	0,58	0,60	0,62	0,65	0,68	0,71	0,74	0,78	0,82	0,86	0,90	0,94	0,98	1,02

Удельная теплоемкость безводного жидкого этилового спирта довольно сильно меняется с изменением температуры (табл. I—3).

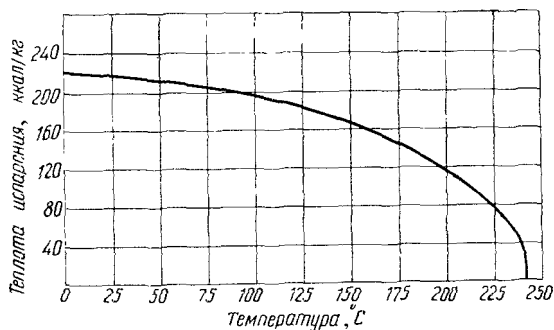


Рис. I-2. Зависимость теплоты испарения этилового спирта от температуры.

А. Г. Дорошевский и А. В. Раковский [7] предложили следующую формулу для определения удельной теплоемкости жидкого этилового спирта в интервале температур от 0 до 60°С:

$$c = 0,540 + 0,0017t \text{ ккал/(кг·град)}, \quad (I-3)$$

где t — температура жидкости, при которой определяется теплоемкость.

Если определяется средняя теплоемкость в интервале температур от t_1 до t_2 , то

$$t = \frac{t_1 + t_2}{2}.$$

§ 3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ КОНСТАНТЫ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

В процессе перегонки и ректификации мы имеем дело со сложными многокомпонентными смесями, однако основными почти всегда являются два компонента: вода и этиловый спирт. Поэтому водно-спиртовые растворы играют громадную роль в процессах перегонки и ректификации, а их свойства представляют значительный интерес.

Во всех расчетах тепло- и массопередачи при перегонке и ректификации мы встречаемся с необходимостью знать такие свойства, как относительная плотность жидких парообразных смесей спирта и воды, теплопроводность, теплоемкость, вязкость растворов различной концентрации. Поэтому мы считаем необ-

ходимым дать краткую сводку этих констант в виде таблиц и графиков [8].

Относительная плотность водно-спиртовых растворов при различных температурах представлена на графике (рис. 1—3), составленном И. М. Ройтером. Относительная плотность насыщенных водно-спиртовых паров при давлениях от 1 до 1,9 *ата* представлена на другом графике (рис. 1—4), составленном тем же автором.

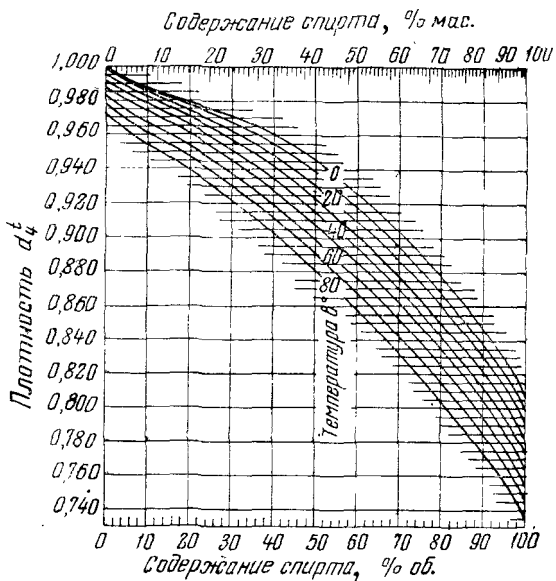


Рис. 1-3. Относительная плотность водно-спиртовых растворов при различной температуре.

Теплоемкость водно-спиртовых растворов изучалась многими авторами. Наибольшее распространение до последнего времени имели формулы Жамена и Амори. Работами последующих исследователей было доказано, что эти формулы дают завышенные значения теплоемкости. На основе сопоставления наиболее достоверных данных составлена таблица теплоемкости водно-спиртовых растворов (см. табл. 1—3). Приведенные в ней значения удельной теплоемкости отвечают данной температуре.

При изменении температуры в интервале от t_1 до t_2 следует брать значение теплоемкости, среднее для данного интервала.

А. Г. Дорошевский [7] предложил ряд уравнений для нахождения удельной теплоемкости водно-спиртовых растворов при данной температуре и концентрации спирта.

Для раствора, содержащего 10% мас. спирта
 $c = 1,045 - 0,00210 t + 0,00003875 t^2$ ккал/(кг · град);
 для 20% $c = 1,038 - 0,00080 t + 0,0000150 t^2$;
 для 30% $c = 0,997 + 0,000475 t - 0,00000125 t^2$;
 для 40% $c = 0,930 + 0,002225 t - 0,00002825 t^2$;
 для 50% $c = 0,856 + 0,003575 t - 0,00004625 t^2$;
 для 60% $c = 0,798 + 0,003075 t - 0,00002875 t^2$;
 для 70% $c = 0,734 + 0,002475 t - 0,00000875 t^2$;
 для 80% $c = 0,675 + 0,00205 t$;
 для 90% $c = 0,610 + 0,00210 t$;
 для 100% $c = 0,540 + 0,0017 t$.

Предложены также уравнения для нахождения теплоемкости водно-спиртовых растворов, пригодные для любой температуры и концентрации спирта в растворе [9, 10], однако они несколько сложны для технических расчетов.

Теплопроводность водно-спиртовых растворов в настоящее время может считаться хорошо изученной. В 1956 г. Н. В. Цедерберг опубликовал данные, полученные им для интервала температур от -60 до $+60^\circ\text{C}$.

В табл. I—4 приведены данные Цедерберга для положительных температур с экстраполяцией до 80°C [1].

В тепловых и гидравлических расчетах ректификационных установок большую роль играет вязкость водно-спиртовых смесей. В табл. I—5, составленной по данным Технической энциклопедии, даны значения вязкости для водно-спиртовых растворов различной крепости и температуры.

Для определения вязкости, выраженной в сантипуазах, можно воспользоваться также уравнением [9]

$$\mu = \frac{t - t_1}{a + bt} + \mu_1. \quad (I-4)$$

Это уравнение пригодно для определения μ при постоянном содержании спирта γ жидкости 10, 20, 30, 40, 45, 60, 70, 90

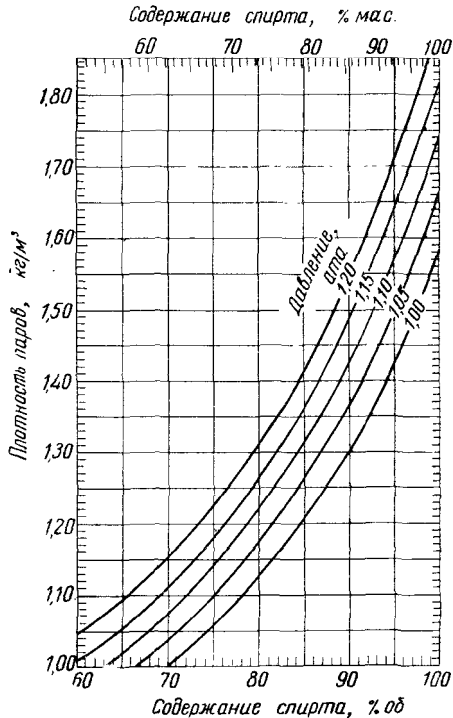


Рис. I-4. Относительная плотность насыщенных водно-спиртовых паров.

Таблица I-4

Теплопроводность водно-спиртовых растворов
(в ккал/(м·ч·град))

Содержание спирта, % об.	Теплопроводность при температуре, °С				
	0	20	40	60	80
0	0,474	0,515	0,545	0,567	0,580
25	0,373	0,391	0,409	0,428	0,447
38	0,328	0,388	0,348	0,358	0,368
50	0,288	0,294	0,299	0,305	0,310
65	0,240	0,244	0,247	0,250	0,253
80	0,193	0,194	0,194	0,195	0,195
94	0,160	0,158	0,155	0,153	0,150
98	0,151	0,147	0,143	0,138	0,133
100	0,146	0,141	0,137	0,133	0,128

и 100% мас. Значения t_1 , μ_1 , a и b в зависимости от крепости спирто-водного раствора x представлены в таблице I—6.

В табл. I—7 приведены значения кинематической вязкости спиртовых растворов [1].

Таблица I-5

Вязкость водно-спиртовых растворов
(в спз)

Содержание спирта, % мас.	Вязкость при температуре, °С								
	0	10	20	25	30	40	50	60	70
10	3,215	2,162	1,548	1,328	1,353	0,896	0,725	0,602	0,509
20	5,275	3,235	2,168	1,808	1,539	1,144	0,896	0,728	0,606
30	6,900	4,095	2,670	2,203	1,894	1,353	1,038	0,826	0,677
40	7,150	4,355	2,867	2,374	1,941	1,455	1,116	0,887	0,724
45	7,010	4,310	2,867	2,387	2,007	1,478	1,138	0,902	0,736
50	6,625	4,174	2,832	2,368	2,001	1,475	1,136	0,84	0,739
60	5,715	3,787	2,642	2,232	1,906	1,426	1,109	0,887	0,727
70	4,720	3,268	2,369	2,025	1,744	1,328	1,044	0,841	0,696
80	3,648	2,663	1,998	1,738	1,519	1,181	0,950	0,778	0,648
90	2,691	2,048	1,601	1,422	1,270	1,022	0,835	0,695	0,589
100	1,776	1,480	1,221	1,101	0,997	0,824	0,695	0,590	0,506

Таблица I-6

**Вспомогательная таблица для определения вязкости
водно-спиртовых растворов**

x % мас.	t_1	μ_1	a	b
10	60	0,602	-19,4637	-1,23
20	50	0,896	-8,405	-0,834
30	30	1,849	-4,6895	-0,407
40	30	1,941	-7,599	-0,866
45	30	2,007	-5,1904	-0,3628
50	30	2,001	-5,3415	-0,3626
60	30	1,906	-6,7521	-0,3745
70	30	1,744	-9,1719	-0,4019
80	30	1,519	-12,5131	-0,4595
90	30	1,270	-20,25	-0,5282
100	30	0,997	-34,2776	-0,6459

Таблица I-7

**Кинематическая вязкость водно-спиртовых растворов
(в $\text{м}^2/\text{ч} \cdot 10^4$)**

Содержание спирта, % мас.	Вязкость при температуре, °C								
	0	10	20	30	40	50	60	70	80
0	64,4	46,8	36,1	29,3	23,9	20,4	17,2	15,1	13,4
10	117,7	79,1	56,8	42,3	33,2	27,1	22,4	19,2	16,3
20	194,8	119,8	80,6	57,5	42,8	34,0	27,8	23,5	19,7
30	257,4	153,8	103,7	70,3	51,6	40,0	32,3	26,7	22,5
40	271,2	166,7	110,5	75,2	57,2	44,2	35,4	29,0	24,9
50	256,9	162,8	111,5	79,5	59,4	46,1	36,8	30,5	27,2
60	226,7	151,7	106,6	77,9	58,9	46,2	37,4	31,2	27,5
70	192,2	134,4	98,3	72,9	56,4	44,5	36,4	30,7	27,5
80	152,8	112,4	85,3	65,4	51,5	41,9	34,8	29,4	26,6
90	115,9	89,2	70,4	56,5	45,9	38,2	32,3	27,5	24,5
95	96,4	77,0	62,7	51,1	41,2	35,7	30,5	26,6	23,5
100	79,5	66,8	55,6	46,1	38,2	33,0	28,1	24,7	22,0

§ 4. ФАЗОВОЕ РАВНОВЕСИЕ В СИСТЕМЕ ЭТАНОЛ—ВОДА

В основе учения о перегонке и ректификации лежат основные законы, установленные Д. П. Коноваловым и М. С. Вревским.

Законы Коновалова

Для теории и практики основным вопросом является вопрос о составе равновесных паровой и жидкой фаз.

Для интересующего нас случая правило фаз может быть записано следующим образом:

$$s = k - f + 2 = 2 - 2 + 2 = 2;$$

здесь s — число степеней свободы;
 k — число компонентов, равное 2;
 f — число фаз, равное 2.

Правило фаз указывает, что из трех параметров, определяющих состояние системы (температура, давление, концентрация), произвольно могут быть выбраны 2. Так, если заданы температура и концентрация, то давление в системе будет иметь некоторое определенное значение.

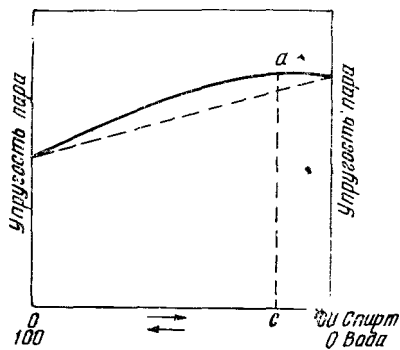


Рис. 1-5. Изотерма упругости пара раствора этилового спирта в воде.

На рис. 1—5 представлена изотерма давления водного раствора этилового спирта. Рассматривая график, можно заметить, что давление водно-спиртовых паров увеличивается до некоторого максимума, отвечающего точке a . Далее при увеличении концентрации спирта в жидкой фазе давление снижается.

Определенному значению t (температуры) и C (концентрации) отвечает вполне оп-

ределенное значение давления пара.

Д. П. Коновалов в конце прошлого века [11], исследуя давление паров растворов спиртов и органических кислот, установил два основных закона, в дальнейшем послуживших основой теории перегонки.

Эти законы устанавливают соотношение составов паровой и жидкой фаз бинарных систем, находящихся в равновесии.

Первый закон Коновалова может быть сформулирован следующим образом: «Пар, находящийся в равновесии с раствором, содержит в избытке тот компонент, прибавление которого к раствору понижает температуру кипения».

Это положение безусловно справедливо для тех бинарных смесей, на изотермах давления которых нет точек максимума или минимума (экстремумов).

Для тех же растворов, которые, как и растворы этилового спирта в воде, имеют экстремум на кривой давления, имеется такая концентрация жидкой фазы, при которой ее состав одинаков с составом паровой фазы.

Второй закон Коновалова устанавливает: «В экстремумах давлений пара составы жидкой и паровой фаз совпадают».

Таким образом, первый закон устанавливает качественный состав паровой фазы в зависимости от состава жидкой фазы, а второй — определяет состав азеотропа — нераздельнокипящей

смеси, для которой состав фаз одинаков. Смесь этилового спирта имеет азеотропную точку при нормальном давлении при содержании спирта 95,57% мас. Температура кипения азеотропа при нормальном давлении 78,15° С.

На рис. 1—6 представлена кривая равновесия для системы этиловый спирт — вода при нормальном давлении. На горизонтальной оси этого графика отложено содержание этилового спирта в жидкой фазе, а на вертикальной оси — в паровой фазе. В точке, отвечающей азеотропу, кривая равновесия пересекает диагональ диаграммы, а дальше проходит под диагональю до правой верхней точки диаграммы. Этот график построен для постоянного давления, и кривая равновесия является изобарой. При изменении давления изменяется и положение кривой равновесия.

Законы, управляющие изменением равновесных составов фаз, установлены М. С. Вревским.

Законы Вревского отвечают на следующие два вопроса: 1) как влияет температура (давление) на равновесие раствора двух жидкостей и их насыщенного пара и 2) какова зависимость между изменением равновесия под влиянием температуры (давления) и изменением состава нераздельнокипящей смеси.

Для решения этих основных вопросов Вревский предпринял термодинамическое исследование, а результаты его проверил экспериментально.

Первый закон Вревского

Исходя из уравнения Кирхгофа, Вревский провел термодинамический анализ процесса [12] испарения бинарной смеси и пришел к выводу, что изменение состава паров под влиянием температуры следует рассматривать как результат совместного действия двух факторов: физико-механического и физико-химического. Физико-химический фактор представлен в этом явлении величиной теплот разбавления, а физико-механический — величиной теплот испарения.

Математически полученная зависимость выражена им в виде уравнения

$$\frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{y} = \frac{L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}}{RT^2} \quad (I-5)$$

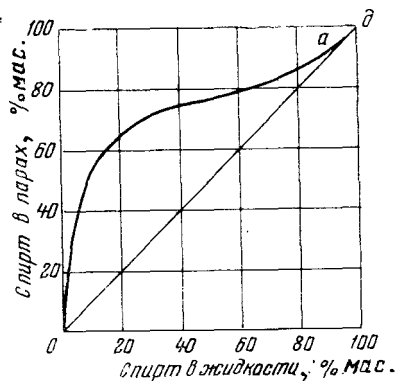


Рис. 1-6. Кривая равновесия системы этанол — вода при нормальном давлении.

В этом уравнении y — содержание н. к. в парах, t — температура, L_1 и L_2 — молекулярные теплоты испарения компонентов, Q — теплота образования раствора, R — газовая постоянная, T — абсолютная температура.

Уравнение (I—5) дает возможность определить направление изменения величины dy/dt и тем самым установить влияние изменения температуры на ход кривой равновесия.

В уравнении (I—5) физико-механический фактор представлен разностью теплот испарения $L_1—L_2$, а физико-химический — величиной производной dQ/dx . Из рассмотрения уравнения (I—5) вытекает формулировка первого закона Вревского: «При сообщении тепла раствору увеличивается в парах относительное содержание того компонента, испарение которого требует большей затраты энергии» [13].

Уравнение (I—5) показывает, что в некоторых случаях эта формулировка может быть изменена. Именно, когда $\frac{dQ}{dx} = 0$, т. е. когда теплота образования не зависит от конечной концентрации, уравнение принимает следующий вид:

$$\frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{y} = \frac{L_1 - L_2}{RT^2}. \quad (I-6)$$

В этом случае знак $\frac{dy}{dt}$ зависит только от разности молекулярных теплот испарения $L_1—L_2$. В этом частном случае первый закон Вревского может быть сформулирован так: при сообщении тепла раствору увеличивается в парах относительное содержание того тела, молекулярная теплота испарения которого больше.

Однако следует подчеркнуть еще раз, что такая формулировка будет справедлива только для частного случая, когда физико-химический фактор может не учитываться ($\frac{dQ}{dx} = 0$).

В общем же случае знак dy/dt будет зависеть как от величины $L_1—L_2$, так и от величины dQ/dx , т. е. как от физико-механического, так и от физико-химического фактора. При этом могут быть установлены несколько различных случаев соотношений двух факторов. Возможен случай, когда производная $\frac{dQ}{dx}$ имеет тот же знак, что и разность молекулярных теплот испарения $L_1—L_2$. Независимо от того, больше эта разность, чем производная, или меньше, порядок изменения dy/dt будет определяться знаком $L_1—L_2$. Если знак производной $\frac{dQ}{dx}$ иной, чем величины $L_1—L_2$, то возможны два случая:

- 1) $\frac{dQ}{dx} < L_1—L_2$ и 2) $\frac{dQ}{dx} > L_1—L_2$.

В первом случае порядок изменения y определяется по-прежнему знаком L_1-L_2 , во втором — определяющей величиной является $\frac{dQ}{dx}$. Таким образом, величина $\frac{dQ}{dx}$ играет весьма существенную роль. Значение этой производной находится в зависимости от вида кривой $Q=f(x)$. В наиболее общем случае при переходе от одного состава системы к другому направление, в котором перемещается равновесие, не остается постоянным. Оно противоположно на определенных участках концентраций: в одном интервале концентраций $\frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{y} > 0$, в другом $\frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{y} < 0$.

При этом в точках перехода к обратному направлению $\frac{dy}{dt} \cdot \frac{1}{y} = 0$, т. е. в этих точках изменение давления не будет влиять на равновесие. Отсюда вытекает, что для выяснения влияния давления на равновесие необходимо иметь кривую $Q-x$ для данной системы.

Мы сочли необходимым особенно подробно остановиться на значении физико-химического фактора в уравнении (1—5), так как игнорирование его приводит к неправильным формулировкам первого закона Вревского. В литературе встречаются такие формулировки закона Вревского, в которых зависимость состава пара растворов от температуры определяется соотношением теплот испарения компонентов. В некоторых случаях такая трактовка закона Вревского приводит к неправильным выводам. Поэтому следует придерживаться той формулировки первого закона, которая вытекает из уравнения (1—5) и которая дана самим Вревским. Для практических целей эта формулировка может быть изложена иначе, принимая во внимание, что сообщение тепла раствору определенной концентрации возможно только при повышении давления в системе.

Тогда можно будет сказать: при увеличении давления в системе, в которой содержатся два жидких летучих компонента, в парах будет возрастать относительное содержание того компонента, испарение которого требует большей затраты энергии.

В таком выражении первый закон Вревского будет более близок интересам практики перегонки, для которой он дает указание о необходимом изменении давления при перегонке.

Сформулировав первый закон, Вревский подтвердил его экспериментальными исследованиями. Объектом этих исследований он выбрал первоначально ряд спиртов: метиловый, этиловый и пропиловый.

Вревский исследовал равновесие в водных растворах этих спиртов при помощи оригинального прибора. Этот прибор поз-

волял определять состав равновесных фаз при переменных точно устанавливаемых температурах. Так, например, система этиловый спирт—вода была изучена при температурах 39,76; 54,81; 74,79° С. При этих температурах были определены составы паровой фазы при различных составах жидкой фазы.

На рис. 1—7 изображены оригинальные графики, приведенные в работе Вревского [12]. На этом графике представлены результаты экспериментальной работы Вревского. На горизонтальной

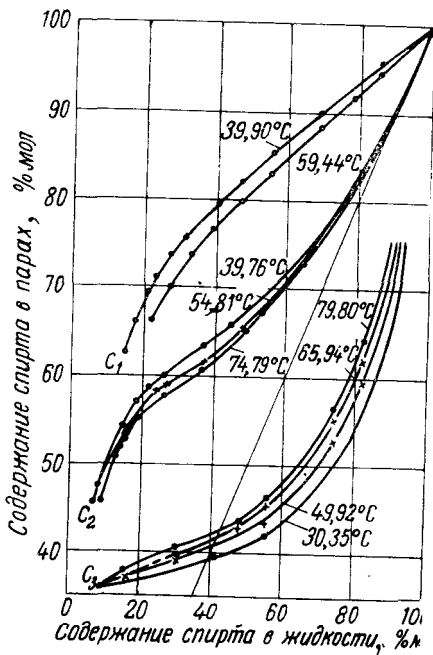


Рис. 1-7. Изотермы равновесия по Вревскому.

C_1 — метанол—вода, C_2 — этанол—вода, C_3 — пропанол—вода.

оси графика отложено содержание алкоголя в жидкой фазе в молекулярных процентах, на вертикальной оси — то же, но в паровой фазе. В этих координатах построены «изотермы равновесия» трех исследованных спиртов и воды. На чертеже нанесена также линия, представляющая собой геометрическое место точек, для которых состав пара и жидкости одинаков. Прямая пересекает изотермы в точках нераздельно кипящих смесей.

Как явствует из рисунка, эти исследования Вревского охватили не все концентрации растворов. Рассматривая рисунок, можно заметить существенное влияние температуры на равновесие во всех исследованных системах. Полученные данные были использованы Вревским для проверки установленного им закона. Однако для этой проверки в соответствии с уравнением (1—5) необходимо было иметь данные о теплоте образования водно-спиртовых растворов (кривую $Q-x$) и величины молекулярной теплоты испарения чистых спиртов и воды при различных температурах.

Вревский воспользовался имевшимися в 1910 г. данными Бозе о теплотах образования растворов. Теплоты испарения спиртов были приняты по данным Рамзая и Юнга, а теплота испарения воды — по данным Реньо. Положив в основу эти данные, Вревский исследовал уравнение (1—5). Для примера приведем таблицу из работы Вревского для растворов этилового спирта в воде (табл. 1—8).

Значения величины $L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}$ для системы этанол — вода

Мольдоля этилового спирта x	$L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}$ при температуре, °C			
	0	17,3	42	74
0,06	+1233	—	—	-183
0,1	+365	+306	+73	-344
0,2	-109	-717	-532	—
0,3	-1129	-808	-627	—
0,4	-1131	-871	-577	—
0,5	-1068	-819	-540	—
0,6	-979	-757	-488	—
0,7	-967	-732	-440	-360
0,8	-1001	-743	-404	-274
0,9	-1091	-791	-377	-158

В этой таблице приведены результаты подсчетов значения величины $L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}$ для различных температур. Приведенные величины показывают, насколько значительно влияние величины $\frac{dQ}{dx}$. Известно, что на испарение 1 моля спирта в свободном состоянии расходуется меньше тепла, чем на испарение воды. Следовательно, $L_1 - L_2 < 0$. Отсюда вытекает, что при повышении давления (с увеличением температуры) должно возрастать в парах относительное количество воды. Однако такое заключение можно сделать только в том случае, если пренебречь величиной $\frac{dQ}{dx}$. Если же учесть эту величину, то знак величины $L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}$ меняется, и при низких концентрациях спирта это выражение будет иметь положительное значение, что свидетельствует об увеличении в парах относительного содержания спирта при повышении давления в системе.

Опыты Вревского были проведены для концентрации спирта от 15 до 100% мол. Следовательно, он не исследовал области, в которых повышение давления способствует увеличению содержания спирта в парах. Поэтому Вревский ограничился только констатацией того факта, что в области исследованных им концентраций проведенные определения согласуются с выводами теории. С повышением температуры испарения (или, что то же, давления в системе) возрастает относительное содержание воды в парах.

В настоящее время имеются экспериментальные данные, которые позволяют проверить закон Вревского в области низ-

ких концентраций этилового спирта. Имеются исследован. состава равновесных фаз в системе этанол—вода при малых концентрациях спирта и различных давлениях. Все экспериментаторы констатируют, что при малых концентрациях спирта повышение давления в системе (в пределах до 1 ата) ведет к обогащению паров спиртом. Несоввершенство экспериментальной методики ведет к тому, что граница, при которой происходит изменение закономерности, довольно расплывчата. Так, по данным Марийе и Кутана, перелом должен иметь место при содержании спирта от 7,03 до 16,3% мол. По более поздним и более точным данным Биби и Коультера, повышение давления ведет к обогащению паров спиртом в пределах содержания спирта в жидкой фазе до 21% мол. Таким образом, положение, предсказанное Вревским на основании теоретических предпосылок, но не проверенное им экспериментально, блестяще подтверждается последующими исследователями.

Этот факт лучше всего свидетельствует о глубоком смысле первого закона Вревского и его практическом значении для изучения процессов перегонки.

Второй закон Вревского

Вторая задача, поставленная и разрешенная Вревским, заключалась в установлении зависимости между изменением равновесия под влиянием температуры (давления) и изменением состава нераздельнокипящей смеси.

Нераздельнокипящие смеси были изучены Коноваловым, который установил основную закономерность, определяющую появление нераздельнокипящей смеси при перегонке бинарных смесей. Коновалов установил также, что состав нераздельнокипящей смеси зависит от давления (или, что то же, от температуры).

Однако второй закон Коновалова, устанавливающий положение нераздельнокипящей смеси на кривой равновесия, не дает основания сделать какое-либо заключение об изменении состава нераздельнокипящей смеси при изменении давления. Эта задача была разрешена Вревским теоретически и подтверждена экспериментально.

Исходя из закона Коновалова, Вревский пришел к следующему заключению: «Направление, в котором изменяется состав пара нераздельнокипящей смеси, есть в то же время направление, в котором изменяется состав пара для целого ряда непрерывно друг за другом следующих растворов» [12].

Поэтому, если направление, в котором изменяется состав пара смесей, близких по составу к нераздельнокипящей смеси, определено, то может быть предсказано и направление измене-

ния состава нераздельнокипящей смеси. На основании термодинамического анализа Вревский формулирует закон изменения состава нераздельнокипящей смеси с изменением температуры следующим образом: «При изменении температуры растворов, кривая упругости пара которых имеет максимум, состав пара растворов и состав нераздельнокипящей смеси изменяются в том же направлении. При изменении температуры испарения растворов, кривая упругости пара которых имеет минимум, состав пара растворов и состав нераздельнокипящей смеси изменяется в противоположном направлении» [12].

В такой формулировке второго закона Вревского связь состава нераздельнокипящей смеси и затраты энергии на испарение дана в неявном виде. Однако она легко может быть установлена на основании первого закона. Согласно этому закону, при повышении температуры раствора двух жидкостей в парах возрастает относительное содержание того компонента, испарение которого требует большей затраты энергии. Используя это основное положение, Вревский дает новую, более глубокую по содержанию формулировку второго закона, установленного им: «При повышении температуры растворов, упругость пара которых имеет максимум, в нераздельнокипящей смеси возрастает относительное содержание того компонента, испарение которого требует большей затраты энергии. При повышении температуры растворов, упругость которых имеет минимум, в нераздельнокипящей смеси нарастает относительное содержание того компонента, испарение которого требует меньшей затраты энергии» [12].

Эту формулировку второго закона Вревского следует считать наиболее совершенной. Следует отметить, что некоторые авторы, формулируя этот закон Вревского, допускают ошибки. Так, Юнг [14] пишет: «Вревский на основе наблюдений над составом азеотропных смесей спиртов, кислот и воды вывел следующую закономерность: с возрастанием температуры увеличивается концентрация того компонента азеотропной смеси, который имеет большую молекулярную теплоту испарения, но только в том случае, если смесь имеет максимальное давление; если же смесь имеет минимум давления, то при возрастании температуры упомянутая концентрация понижается».

Таким образом, Юнг игнорирует физико-химический фактор, отождествляя молекулярную теплоту испарения и энергию, затрачиваемую на испарение; им игнорируется основное положение Вревского о двух слагаемых величины затраты энергии при сложном испарении.

Аналогичную ошибку допускает Э. Киришбаум [15]. Такая неправильная трактовка приводит к тому, что второй закон Вревского считается неприменимым к некоторым системам, например к системе этиловый спирт — вода.

Нетрудно показать, что система этиловый спирт — вода полностью подчиняется закону Вревского. Для этого необходимо вернуться к табл. I—8, в которой даны значения функции $L_1 - L_2 + \frac{dQ}{dx}$. Как видно из данных этой таблицы, в области высоких концентраций этилового спирта при всех температурах значение функции отрицательно. Следовательно, при всех температурах (давлениях), при увеличении температуры (давления), в парах в области растворов, граничащих с азеотропной смесью, будет увеличиваться содержание воды и уменьшаться содержание спирта.

Это положение вполне совпадает с данными опыта. Сам Вревский экспериментально установил следующие концентрации спирта в нераздельнокипящей смеси этилового спирта — воды:

при $t = 74,79^\circ \text{C}$	95,7% мас. (89,8% мол.);
при $t = 54,81^\circ \text{C}$	96,5% мас. (91,5% мол.);
при $t = 39,76^\circ \text{C}$	97,6% мас. (94,1% мол.);

что подтверждает второй закон.

Позднее (1911 г.) Уэд и Мэримен получили данные, приведенные в табл. I—9.

Таблица I-9
Температура кипения и состав азеотропных смесей
этилового спирта и воды

Температура кипения, $^\circ\text{C}$	Давление, мм рт. ст.	Содержание этилового спирта в нераздельнокипящей смеси, % мас.
27,97	70	100
33,35	100	99,56
39,2	129,7	98,7
47,6	198,4	97,3
63,04	404,6	96,25
78,15	760,0	95,59
87,12	1075,4	95,35
95,35	1451,3	95,25

Эти данные также подтверждают второй закон Вревского. Практическое значение второго закона для промышленной перегонки очень велико, так как он указывает на изменение предела укрепления паров нижекипящим компонентом при изменении давления.

В частности, при ректификации этилового спирта второй закон Вревского указывает на возможность получения продукта с содержанием спирта, приближающимся к 100% при сравнительно небольшом вакууме.

На рис. I—8 приведены две кривые равновесия для различных давлений, построенные по современным данным. Кривая для нормального давления построена В. Н. Стабниковым и О. Г. Муравской на основе сопоставления наиболее достоверных экспериментальных данных [16]. Кривая для $p=50$ мм рт. ст. построена по данным Грумбта [15].

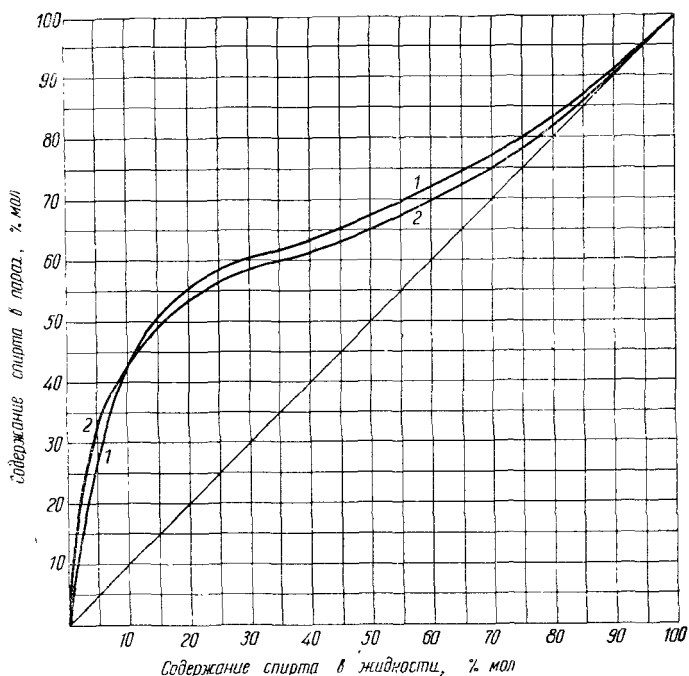


Рис. I-8. Смещение кривой равновесия системы этанол — вода при изменении давления:
1 — $p=50$ мм рт. ст., 2 — $p=1$ бар.

Рис. I—8 наглядно демонстрирует смещение равновесия под влиянием изменения давления.

§ 5. АЗЕОТРОПЫ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

В предыдущем разделе мы рассмотрели азеотропы, образуемые этиловым спиртом и водой. Кроме воды, многие другие вещества образуют с этиловым спиртом азеотропы, играющие значительную роль в процессе ректификации и особенно абсолютирования этанола.

Согласно со вторым законом Коновалова, состав азеотропных смесей может быть установлен из рассмотрения кривых

давления пара растворов в зависимости от состава жидкой фазы.

Если на горизонтальной оси откладывать содержание нижеупомянутого компонента, а на вертикальной оси — суммарные давления паров раствора при постоянной температуре, то для идеальных растворов мы получим прямую линию.

В таких системах азеотропы не возникают. Если кривая упругости пара имеет максимум или минимум, то, согласно второму закону Коновалова, в точке перегиба может возникнуть азеотроп.

Однако азеотропная смесь возникает не всегда при отклонении от прямолинейной зависимости. Для этого необходимо еще, чтобы отклонение было не менее некоторого предела, который зависит от величины отношения давлений насыщенных паров чистых компонентов [17].

На рис. 1—9 показаны различные случаи образования азеотропных смесей в зависимости от отношения давлений паров чистых компонентов. В том случае, когда давления паров чистых компонентов близки, уже небольшое отклонение от прямолинейной зависимости при неясно выраженном максимуме или

минимуме может привести к образованию нераздельнокипящей смеси. При большой разнице между давлением паров чистых компонентов необходим более ясно выраженный максимум или минимум.

Азеотропные смеси не являются химическими соединениями. Это вытекает из того, что при изменении давления положение азеотропной точки смещается. Изменение давления может привести даже к исчезновению азеотропной точки. Поэтому отсутствие азеотропа при одном каком-либо давлении еще не говорит о том, что рассматриваемые компоненты не образуют азеотропа при другом давлении. Этиловый спирт образует большое количество азеотропов. Известно более 200 бинарных азеотропов этилового спирта и свыше 50 тройных, в состав которых входят два других компонента.

Ряд тройных азеотропов получил практическое применение при абсолютировании. Они будут рассматриваться в главе XIII. Перечень азеотропов этилового спирта дан в книге Хорсли [18] и в книге «Этиловый спирт» [1].

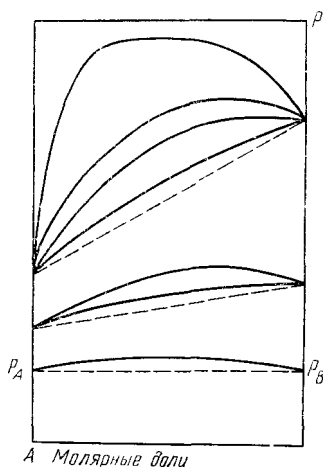


Рис. 1-9. Образование азеотропных смесей.

§ 6. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ РАВНОВЕСИЯ

При проектировании и эксплуатации брагоперегонных и ректификационных аппаратов для выделения и очистки спирта в основу расчета кладутся данные о равновесных составах паровой и жидкой фаз в системе этиловый спирт — вода.

Для теории и практики ректификации имеют большое значение также экспериментальные данные о равновесии в тройных системах: этанол — вода — примесь, где под наименованием «примесь» фигурирует любой компонент, имеющийся в сырье.

Бинарная система этиловый спирт — вода изучена в этом отношении наиболее основательно.

Свыше 30 работ посвящено исследованию равновесия в системе этанол — вода. При расчетах до последнего времени чаще всего пользовались данными Бергштрема [1], рекомендованными А. А. Кировым [19]. Однако имеются новейшие, более надежные исследования равновесия.

В настоящее время используются различные методы экспериментального определения равновесных данных [20, 21]. Из них для определения равновесия в системе этиловый спирт — вода были использованы два метода: дистилляционный и циркуляционный.

Дистилляционный метод (статический) заключается в том, что пар, выделяющийся из кипящей водно-спиртовой смеси определенной крепости, конденсируется, после чего определяется крепость конденсата. Если количество кипящей жидкости велико, а количество отбираемого конденсата незначительно, то можно допустить, что состав пара будет равновесным по отношению к составу исходной кипящей жидкости. В действительности это положение будет справедливым только при бесконечно малом количестве отобранного конденсата. Таким образом, в основе этого метода лежит предположение о неизменном составе паров на протяжении некоторого конечного промежутка времени. Это является основным дефектом метода.

Для уточнения этого метода предложена его модификация, разработанная Розановым с сотрудниками [14].

Метод Розанова заключается в фракционированной перегонке жидкой смеси определенного состава и в определении графической экстраполяцией состава тех паров, которые выделяются в начальный момент перегонки. Аппарат Розанова и его сотрудников состоит из грушевидного сосуда (рис. 1—10) с удлиненным горлом, по периферии которого расположены 4 отверстия для выхода паров.

Стеклянный, припаянный к краю горловины колпак окружает колбу и переходит вниз в трубку, по которой пары попа-

дают в змеевиковый холодильник, а из него — в приемник, который имеет особые отделения для удобного улавливания последовательных фракций. Приемник для удаления атмосферной влаги соединяется с атмосферой посредством трубки с хлористым кальцием. Отверстие горловины закрывается пробкой и заливается шеллаком и сургучом.

Через трубку проходят две платиновые проволоки для нагрева и трубка для наполнения колбы.

Жидкость вводится из верхнего сосуда. Колба с колпачком почти целиком погружается в баню, температура которой несколько превосходит температуру кипения исследуемого раствора.

В этой установке дефлегмация и обратный ток конденсата в колбу совершенно исключены.

В течение опыта отбирается несколько последовательных фракций, вес и состав которых в дальнейшем определяются.

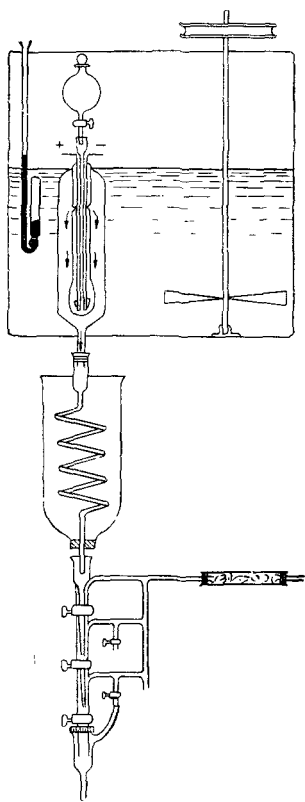


Рис. I-10. Аппарат Розанова.

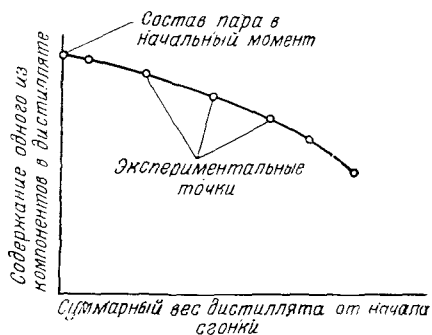


Рис. I-11. График для нахождения состава паров в начальный момент перегонки.

По результатам исследования строится график в прямоугольных координатах. На горизонтальной оси откладываются веса дистиллятов, а на вертикальной оси — содержание одного из компонентов, как это показано на рис. I-11.

Построив по экспериментальным точкам кривую и продолжая ее до пересечения с осью ординат, находят в точке пересечения экстраполяционной кривой с осью ординат искомое содержание компонента в парах, равновесных с жидкостью, первоначально залитой в кипятыльник.

Аппаратура для определения равновесия дистилляционным методом встречается в различных модификациях и может быть значительно упрощена.

На рис. 1—12 показана схема прибора для определения состава равновесных фаз при работе под вакуумом (установка ВНИИГСа).

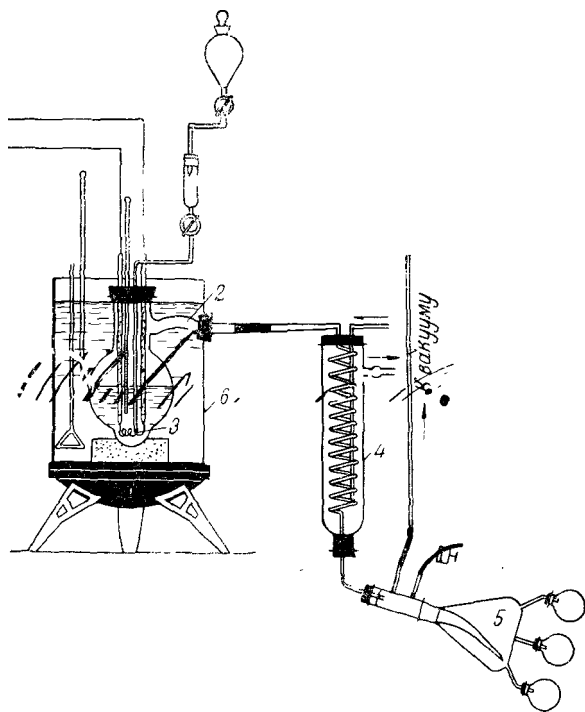


Рис. 1-12. Установка ВНИИГСа для изучения равновесия фаз:

1 — кипятыльник; 2 — пароводная трубка; 3 — электроподогреватель, 4 — холодильник, 5 — приемник, 6 — ванна-термостат.

Дистилляционный метод является старейшим методом. В настоящее время он используется главным образом в тех случаях, когда исследуются системы с частичной растворимостью.

Наиболее употребителен в современных экспериментах по изучению равновесия в системе этанол — вода циркуляционный метод (динамический).

Принцип его заключается в том, что пар, образующийся в кипятыльнике *A* (рис. 1—13), поступает непрерывно в конденсатор *K* и отводится вновь в кипятыльник.

По истечении некоторого промежутка времени, в течение которого аппарат работает непрерывно, между составом жидкости и пара устанавливается равновесие.

Отбирая одновременно пробы из кипятильника и из приемника конденсата, анализируют их и получают данные о составе пара и жидкости, находящихся в равновесии.

Один из приборов, работающих по циркуляционному методу, изображен на рис. I—14. В этом приборе водно-спиртовая смесь кипит в сосуде *A*, который снабжен электроподогревателем. Верхняя часть этого сосуда также имеет электроподогрев во избежание дефлегмации. Пары поступают по трубе *B* в вертикальный конденсатор. Конденсат стекает обратно

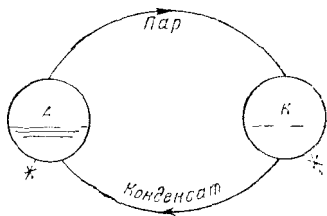


Рис. I-13. Принципиальная схема циркуляционного прибора для изучения равновесия фаз.

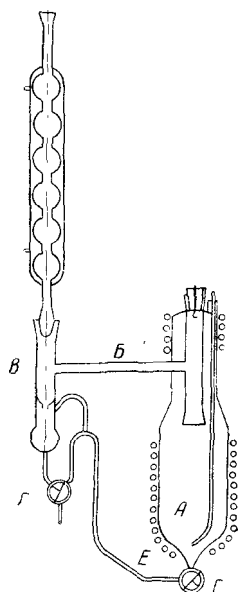


Рис. I-14. Прибор для изучения равновесия циркуляционным методом.

в сосуд *A* по трубке *E*. Трехходовые краны *Г* позволяют отбирать пробы для анализа. Очевидно, что циркуляционный метод свободен от основного недостатка статического метода, однако при конструировании приборов весьма трудно избежать дефектов, ведущих к ошибочным определениям. Это относится также и к приборам, работающим по дистилляционному методу.

Остановимся на этих недостатках [1, 16].

1. В приборах не устранена возможность дефлегмации. Это происходит в тех случаях, когда не приняты меры к устранению конденсации паров в верхней части кипятильника при нагревании кипятильника в нижней части. Вследствие дефлегмации паров происходит их укрепление, а следовательно, определяемые концентрации спирта в парах окажутся завышенными против истинных.

2. В приборах циркуляционного типа завышение полученных данных может быть и в том случае, когда поступающая из приемника конденсата жидкость испаряется, не смешиваясь с основной массой жидкости в кипятильнике. Возможность такого испарения тем больше, чем выше температура этого конденсата. В некоторых современных приборах конденсат подвергается нагреванию в специальных подогревателях. При использовании этих приборов можно ожидать получения завышенных значений, так как поступающий горячий конденсат (а иногда и пар), не смешиваясь с остальной массой жидкости, образует пар с высоким содержанием спирта. Ошибка будет тем значительнее, чем больше разница в составе жидкости в кипятильнике и конденсаторе.

3. Брызгоунос может наблюдаться в приборах того и другого типа при недостаточном объеме парового пространства и малой высоте его. Так как состав брызг отвечает составу жидкости в кипятильнике, то брызгоунос способствует понижению получаемых значений против истинной их величины.

4. Занижение получаемых данных будет также и тогда, когда капли, попадающие на стенки кипятильника выше уровня кипящей жидкости, подвергаются нагреванию. Подобные результаты получают в случае, если кипятильник погружается в ванну для нагревания или когда он тщательно изолируется, а изоляция нагревается.

5. Недостаточно хорошее смещение жидкости в кипятильнике приборов динамического типа может в некоторых случаях повести к получению заниженных результатов, если конденсат, охлажденный перед кипятильником, поступает в верхнюю часть прибора.

6. К искажению результатов при работе динамическим методом ведет также неодновременность отбора проб из кипятильника и приемника конденсата в работающем аппарате.

7. Искажает результаты и неправильная конструкция крапов для отбора проб, в результате чего в них может застывать жидкость¹.

При устранении всех упомянутых дефектов все же будут получены различные результаты вследствие различных условий кипения в приборах, построенных из разных материалов и имеющих кипятильники неодинаковой формы. Влияет на результаты и способ нагрева. Немаловажным фактором является также точность, с которой устанавливалось в опытах давление.

Существенное влияние на результаты оказывает также метод определения концентрации спирта и степень очистки исследуемого спирта.

¹ Методы и приборы для исследования равновесия более детально рассмотрены в статье Б. Д. Метюшева и Т. Б. Процюк [21].

К сожалению, в опубликованных работах не всегда достаточно полно излагается метод очистки исходного спирта и метод определения крепости спирта. Последняя определялась почти всегда пикнометрическим методом. Так как пикнометрический метод при малых концентрациях спирта не дает точных результатов, то многие исследователи ограничивались определением равновесия при концентрации спирта в жидкой фазе не ниже 3—4% мас.

Выгодно отличается от таких работ исследование, проведенное сотрудниками Киевского филиала Всесоюзного научно-исследовательского института спиртовой промышленности [22]. В этом исследовании при концентрации спирта в жидкости менее 1% применялся оксидиметрический метод, разработанный проф. В. В. Первозванским и В. П. Архангельским. Этот метод при малых крепостях дает значительно более точные результаты определения, чем пикнометрический. Поэтому при всех прочих равных условиях результаты этого исследования в области низких концентраций заслуживают наибольшего доверия.

Все изложенное говорит о том, что нельзя ожидать хорошего совпадения результатов исследований, проведенных различными методами с применением приборов различных типов.

Задача заключается в том, чтобы разобраться в массе экспериментального материала и оценить его по достоинству.

Критерием для отбора принята степень совершенства экспериментальной методики. Большинство работ XIX в. и первых двух десятилетий XX в. выполнены дистилляционным методом. Мы уже указывали на принципиальный недостаток этого метода. Кроме того, во многих ранних работах, проведенных дистилляционным методом, не устранены источники погрешностей и другого рода. Мы считаем, что следует отказаться от данных, полученных этим способом, как от наименее надежных.

К опытам, проведенным циркуляционным способом, относятся работы, выполненные Киевским филиалом Всесоюзного научно-исследовательского института спиртовой промышленности [22], Эванса [23], Карей и Льюиса [24], Киршбаума [25, 26], Бэкера и др. [26], Джонса [27].

Опыты Эванса не могут быть приняты во внимание, так как его прибор имел существенный недостаток, а полученные им данные отличаются от данных всех прочих исследователей. Таким образом, остаются наиболее достоверными, по нашему мнению, результаты, полученные КФ ВНИИСПа, Киршбаумом, Карей и Льюисом, Джонсом, Бэкером.

Данные каждого из перечисленных исследователей были изображены в большом масштабе в виде кривой равновесия, в весовых процентах (1% = 10 мм). По экспериментальным точкам проводили плавную кривую, с которой снимали данные для построения таблицы равновесия. Таблица составлялась

для значений содержания спирта в жидкой фазе, взятых через 1% мас. в интервалах значений концентраций жидкой фазы, которые были исследованы экспериментально. Все полученные нами данные были сведены в общую таблицу. Опыты КФ ВНИИСПа, как мы указывали выше, отличаются большой точностью и должны быть рекомендованы для использования в области низких концентраций. Для более высоких концентраций имеются данные и других исследователей; различие в составе паровой фазы в пределах концентрации от 1 до 25% не превосходит 2,5%.

При более высоких крепостях (выше 25% в жидкой фазе) различие в составе паровой фазы, по данным различных исследователей, не превышает 1% мас. Так как все эти данные получены принципиально одинаковым методом, мы сочли возможным в области концентраций выше 1% определить среднее из имеющихся значений. С учетом изложенных соображений построена усредняющая кривая равновесия, несколько отличающаяся от широко известной в литературе кривой Бергштрема. Различие это значительно в области низких концентраций (где использована таблица ВНИИСПа) и мало заметно в области высоких концентраций.

Кривая, построенная в достаточно большом масштабе, явилась основой для составления приводимой ниже таблицы равновесных составов жидкой и паровой фаз системы этиловый спирт—вода при атмосферном давлении.

Полученная таблица равновесия была проверена по методу И. Н. Бушмакина и по методу Редлиха и Кистера [28]. Одновременно проверке были подвергнуты и некоторые другие таблицы равновесия для системы этанол—вода.

По методу Бушмакина на основании значений эксперимента вычислили относительную летучесть

$$\alpha = \frac{y(100-x)}{x(100-y)}, \quad (I-7)$$

а затем построили график ее зависимости от x (x и y — количества спирта, соответственно в жидкости и паре, % мол.).

При отсутствии несистематических погрешностей и аккуратном проведении исследования экспериментальные точки (x , α) должны ложиться на некоторую плавную кривую $\alpha=f(x)$. Отклонение свидетельствует об ошибке в опыте в этих точках. При этом могут быть внесены исправления в значения опыта, для чего определяют наиболее вероятный вид графика кривой $\alpha=f(x)$ и по значениям α исправляют экспериментальные данные.

Проверка по методу Бушмакина показала, что наилучший результат дает табл. I—10. Вычисленные по ней точки (x , α) точно легли на плавную кривую $\alpha=f(x)$ (рис. I—15). Несколько хуже результаты проверки таблиц Хаусбрандта по

данным Бергштрема [1] и таблиц Бенедикта и сотр., Блома и сотр., Бумера и сотр. [20, 29]. Однако отклонения (x , α) от плавной кривой также незначительны.

Отметим, что метод Бушмакина не обнаруживает систематические погрешности. В этом отношении более удобен метод Редлиха и Кистера, которые, основываясь на законах идеальных растворов, вывели уравнение

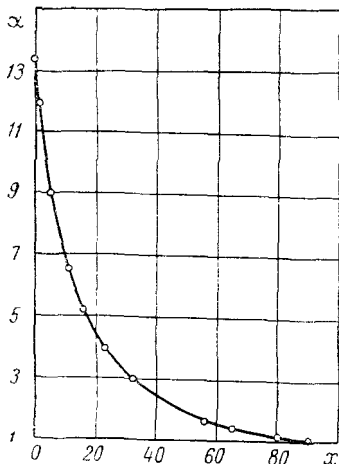


Рис. 1-15. Проверка кривой равновесия по методу Бушмакина.

$$\int_0^1 \lg \frac{\gamma_1}{\gamma_2} dx = 0, \quad (1-8)$$

где γ_1 и γ_2 — коэффициенты активности компонентов.

Они предложили метод проверки экспериментальных кривых равновесия, заключающийся в том, что по экспериментальным данным вычисляется отношение коэффициентов активности.

$$\frac{\gamma_1}{\gamma_2} = \frac{y(100-x)P_2}{x(100-y)P_1}, \quad (1-9)$$

где P_1 и P_2 — давление пара чистого компонента при температуре системы. Затем строим график зависимости $\lg \frac{\gamma_1}{\gamma_2}$ от x , который пересекает в некоторой точке ось Ox .

Площади двух криволинейных трапеций, ограниченных этим графиком и осью Ox , должны быть равны между собой [6], причем x изменяется от 0 до 100%. Экспериментальные данные считаются достаточно точными, если разность между площадями не превышает 10—15%. Этот метод дает возможность обнаружить систематическую погрешность.

Если при построении графика $\lg \frac{\gamma_1}{\gamma_2} = f(x)$ экспериментальные точки $(x, \lg \frac{\gamma_1}{\gamma_2})$ отклоняются от некоторой плавной кривой, то это будет свидетельствовать о наличии несистематических погрешностей. Исправлять их удобнее по методу Бушмакина, так как не надо учитывать $\frac{P_1}{P_2}$.

Проверка указанных таблиц по методу Редлиха и Кистера дала следующие результаты. Разность площадей трапеций, лежащих под осью Ox и над ней, составляет: для таблиц 1—10 3,7% (рис. 1—16), Бергштрема—10%, Блома—5%, Бенедикта—7,8%, Бумера—16%. Интересно отметить, что для всех

таблиц большую площадь имела криволинейная трапеция, лежащая под осью *Ox*. Это, вероятно, объясняется тем, что рассматриваемый процесс не изотермический, а изобарический. Метод же Редлиха и Кистера предполагает изотермические условия, однако им можно пользоваться и при изобарических условиях.

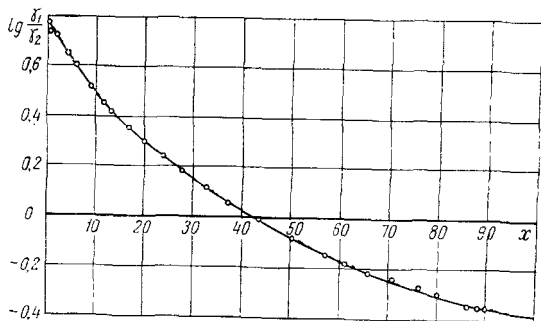


Рис. I-16. Проверка кривой равновесия по методу Редлиха и Кистера.

Таким образом, проверка показала, что таблица I—10 дает хорошие результаты и может быть рекомендована для практического использования.

Эти данные, как наиболее надежные, рекомендуются нами для использования в практических расчетах. При графических расчетах колони кривая равновесия строится в молевых процентах; поэтому данные о равновесии представлены в массовых и молевых процентах (табл. I—10, рис. I—17).

Равновесие в области низких концентраций воды было изучено В. Н. Востриковой, М. Э. Аэровым, Р. Э. Гуревич и Р. М. Соломатиной. Исследование было проведено на приборе циркуляционного типа. Содержание воды в паровой и жидкой фазах определялось методом Фишера. Полученные данные проверены по методу Редлиха и Кистера.

В результате проведенной работы получена следующая таблица (табл. I—11).

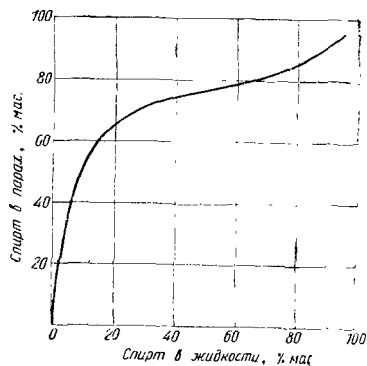


Рис. I-17. Усредняющая кривая равновесия системы этанол — вода.

Таблица I-10

Состав кипящей водно-спиртовой жидкости, образующегося из нее пара и температура кипения этой жидкости при атмосферном давлении

Содержание спирта в жидкости		Температура кипения, °С	Содержание спирта в парах	
% мас.	% мол.		% мас.	% мол.
0,01	0,004	99,9	0,13	0,053
0,10	0,04	99,8	1,3	0,51
0,15	0,055	99,7	1,95	0,77
0,20	0,08	99,6	2,6	1,03
0,30	0,12	99,5	3,8	1,57
0,40	0,16	99,4	4,9	1,98
0,50	0,19	99,3	6,1	2,48
0,60	0,23	99,2	7,1	2,90
0,70	0,27	99,1	8,1	3,33
0,80	0,31	99,0	9,0	3,725
0,90	0,35	98,9	9,9	4,12
1,00	0,39	98,75	10,75	4,51
2,00	0,79	97,65	19,7	8,76
3,00	1,19	96,65	27,2	12,75
4,00	1,61	95,8	33,3	16,34
5,00	2,01	94,95	37,0	18,68
6,00	2,43	94,15	41,1	21,45
7,00	2,86	93,35	44,6	23,96
8,00	3,29	92,6	47,6	26,21
9,00	3,73	91,9	50,0	28,12
10,00	4,16	91,3	52,2	29,92
11,00	4,61	90,8	54,1	31,56
12,00	5,07	90,5	55,8	33,06
13,00	5,51	89,7	57,4	34,51
14,00	5,98	89,2	58,8	35,83
15,00	6,46	89,0	60,0	36,98
16,00	6,86	88,3	61,1	38,06
17,00	7,41	87,9	62,2	39,16
18,00	7,95	87,7	63,2	40,18
19,00	8,41	87,4	64,3	41,27
20,00	8,92	87,0	65,0	42,09
21,00	9,42	86,7	65,8	42,94
22,00	9,93	86,4	66,6	43,82
23,00	10,48	86,2	67,3	44,61
24,00	11,00	85,95	68,0	45,41
25,00	11,53	85,7	68,6	46,08
26,00	12,08	85,4	69,3	46,90
27,00	12,64	85,2	69,8	47,49
28,00	13,19	85,0	70,3	48,08
29,00	13,77	84,8	70,8	48,68
30,00	14,35	84,7	71,3	49,30
31,00	14,95	84,5	71,7	49,77
32,00	15,55	84,3	72,1	50,27
33,00	16,15	84,2	72,5	50,78
34,00	16,77	83,85	72,9	51,27
35,00	17,41	83,75	73,2	51,67
36,00	18,03	83,7	73,5	52,04

Продолжение I-10

Содержание спирта в жидкости		Температура кипения, °С	Содержание спирта в парах	
% мас.	% мол.		% мас.	% мол.
37,00	18,68	83,5	73,8	52,43
38,00	19,34	83,4	74,0	52,68
39,00	20,00	83,3	74,3	53,09
40,00	20,68	83,1	74,6	53,46
41,00	21,38	82,95	74,8	53,76
42,00	22,07	82,78	75,1	54,12
43,00	22,79	82,65	75,4	54,54
44,00	23,51	82,5	75,6	54,80
45,00	24,25	82,45	75,9	55,22
46,00	25,00	82,35	76,1	55,48
47,00	25,75	82,3	76,3	55,74
48,00	26,53	82,15	76,5	56,03
49,00	27,32	82,0	76,8	56,44
50,00	28,12	81,9	77,0	56,71
51,00	28,93	81,8	77,3	57,12
52,00	29,80	81,7	77,5	57,41
53,00	30,61	81,6	77,7	57,70
54,00	31,47	81,5	78,0	58,11
55,00	32,34	81,4	78,2	58,39
56,00	33,24	81,3	78,5	58,78
57,00	34,16	81,25	78,7	59,10
58,00	35,09	81,2	79,0	59,55
59,00	36,02	81,1	79,2	59,84
60,00	36,98	81,0	79,5	60,29
61,00	37,97	80,95	79,7	60,58
62,00	38,95	80,85	80,0	61,02
63,00	40,00	80,75	80,3	61,44
64,00	41,02	80,65	80,5	61,76
65,00	42,09	80,6	80,8	62,22
66,00	43,17	80,5	81,0	62,52
67,00	44,27	80,45	81,3	62,99
68,00	45,41	80,4	81,6	63,43
69,00	46,55	80,3	81,9	63,91
70,00	47,72	80,2	82,1	64,21
71,00	48,92	80,1	82,4	64,70
72,00	50,16	80,0	82,8	65,34
73,00	51,39	79,95	83,1	65,81
74,00	52,68	79,85	83,4	66,28
75,00	54,00	79,75	83,8	66,93
76,00	55,34	79,72	84,1	67,42
77,00	56,71	79,7	84,5	68,07
78,00	58,11	79,65	84,9	68,76
79,00	59,55	79,55	85,4	69,59
80,00	61,02	79,5	85,8	70,29
81,00	62,52	79,4	86,3	71,14
82,00	64,05	79,3	86,7	71,86
83,00	65,64	79,2	87,2	72,71
84,00	67,27	79,1	87,7	73,61
85,00	68,92	78,95	88,3	74,69
86,00	70,62	78,85	88,9	75,81

Содержание спирта в жидкости		Температура кипения, °C	Содержание спирта в парах	
% мас.	% мол.		% мас.	% мол.
87,00	72,36	78,75	89,5	76,93
88,00	74,15	78,65	90,1	78,00
89,00	75,99	78,6	90,7	79,26
90,00	77,88	78,5	91,3	80,42
91,00	79,82	78,4	92,0	81,83
92,00	81,82	78,3	92,65	83,15
93,00	83,87	78,27	93,4	84,70
94,00	85,97	78,2	94,2	86,40
95,00	88,15	78,18	95,05	88,25
95,57	89,41	78,15	95,57	89,41

Таблица I-11

Данные о равновесии жидкость — пар системы этиловый спирт — вода

Температура, °C	Содержание компонентов, % мас.				Содержание компонентов, % мол.			
	жидкость		пар		жидкость		пар	
	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт
78,2	2,060	97,940	2,160	97,840	5,080	94,920	5,340	94,660
78,2	1,100	98,900	1,210	98,790	2,760	97,240	3,040	96,960
78,2	0,750	99,250	0,819	99,181	1,900	98,100	2,050	97,950
78,2	0,352	99,648	0,384	99,316	0,892	99,108	0,977	99,023
78,2	0,344	99,656	0,380	99,620	0,875	99,125	0,967	99,033
78,3	0,158	99,842	0,172	99,828	0,403	99,597	0,439	99,561
78,3	0,143	99,857	0,156	99,844	0,366	99,634	0,397	99,603
78,4	0,025	99,975	0,027	99,973	0,061	99,939	0,069	99,931
78,4	0,018	99,982	0,021	99,979	0,047	99,953	0,053	99,947

§ 7. НАХОЖДЕНИЕ РАВНОВЕСНЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ СПИРТА РАСЧЕТНЫМ ПУТЕМ

Исходя из положений термодинамики о равновесии двухфазных систем предложен ряд методов расчета равновесного состава одной из фаз, если состав другой фазы задан. Наиболее распространенным методом расчета состава равновесных фаз в системе этанол—вода является метод, разработанный на основе применения уравнения Маргулеса.

Эти уравнения имеют следующий вид¹:

$$p_b = P_b (1 - x) e^{0,79(3-2x)x^2}, \quad (I-10)$$

$$p_a = P_a x e^{1,58(1-x)^2}. \quad (I-11)$$

¹ С. Е. Харин с сотрудниками уточнил значение степеней в этих уравнениях. См. [30].

В этих уравнениях

p_b — парциальное давление паров воды над раствором;

p_a — парциальное давление паров спирта над раствором;

P_b — давление паров воды при температуре, которую имеет равновесная система;

P_a — давление паров спирта при той же температуре;

x — молярная доля спирта в растворе;

e — основание натуральных логарифмов.

При помощи этих уравнений находится парциальное давление p_a и p_b , а следовательно и общее давление в системе

$$P = p_a + p_b.$$

Тогда молярный процент спирта в парах

$$y = \frac{p_a}{p_a + p_b} 100. \quad (I-12)$$

Массовая концентрация спирта в парах $a\%$ может быть найдена из уравнения, предложенного Хариным [31]:

$$a = \frac{256y}{100 + 1,56y}. \quad (I-13)$$

Пример 1. Определить равновесную концентрацию этанола в парах, если жидкая фаза содержит 80% мас. этанола при общем давлении 760 мм рт. ст.

Находим по табл. I—10 температуру кипения. Она равна $79,5^\circ\text{C}$. При этой температуре давление паров воды P_b равно ~ 345 , а спирта $P \sim 790$ мм рт. ст. (см. табл. I—1).

Молярный процент x в жидкой фазе найдем по уравнению Харина:

$$x = \frac{100a}{256 - 1,56a}. \quad (I-14)$$

В нашем случае

$$x = \frac{100 \cdot 80}{256 - 1,56 \cdot 80} = 61\% \text{ мол., а мольдоля будет } 0,61.$$

Отсюда по уравнениям (I—10) и (I—11) найдем:

$$p_b = 227 \text{ мм рт. ст.}$$

$$p_a = 532 \text{ мм рт. ст.}$$

В сумме имеем $p_b + p_a = 227 + 532 = 759$ мм рт. ст., что очень близко к заданному давлению (760 мм рт. ст.).

Теперь найдем

$$y = \frac{p_a}{p_a + p_b} = 100 = 70\% \text{ мол., или } 85,6\% \text{ мас.}$$

По табл. I—10 мы имели бы $85,8\%$. Следовательно, полученные расчетом данные очень близки к экспериментальным.

Мы не останавливаемся здесь на других методах подсчета равновесного состава, так как практически потребность в вычислениях не возникает вследствие наличия в настоящее время

значительного количества экспериментальных исследований равновесия для всего диапазона давлений, который может интересовать инженера.

Большой интерес представляет получение зависимости между составом равновесных фаз в виде уравнения. Своеобразный вид кривой равновесия для системы этанол—вода создает большие трудности при выражении зависимости состава фаз в аналитической форме. Составить единое уравнение для всего диапазона концентраций вообще не удастся, приходится составлять уравнение для определенного интервала концентраций.

Так, Ю. Е. Фалькович [32] для интервала концентраций от 1 до 45% об. в жидкости предложила уравнение, довольно хорошо выражающее кривую равновесия Бергштрема.

Это уравнение имеет вид:

$$y = \frac{x}{0,082 + 0,0104x}, \quad (I-15)$$

где y и x —объемные проценты спирта соответственно в парах и в жидкости.

Для кривой равновесия Сореля ею же дано уравнение для того же интервала концентраций:

$$y = \frac{x}{0,082 + 0,0113x}. \quad (I-16)$$

Уравнения Фалькович дают удовлетворительные совпадения вычисленных и экспериментальных данных (от 0 до 1,8% об.). Однако они составлены для экспериментальных данных Сореля и Бергштрема, которые в настоящее время не считаются достаточно точными. Кроме того, они даны для сравнительно узкого интервала концентраций.

Так как выразить эту кривую равновесия этанол—вода одним уравнением не представляется возможным, она разбивается на отдельные участки, для каждого из которых даются либо значения постоянных в уравнении, либо особое уравнение. В. И. Девятко и В. Н. Стабников [33] нашли, что на всем протяжении кривой равновесия может быть применена следующая функциональная зависимость

$$A = \frac{a}{pa + s} \% \text{ мас.}, \quad (I-17)$$

где a —содержание этанола в жидкой фазе, % мас;

A —то же в парах, % мас;

p и s —константы, особые для каждого интервала концентраций.

Значения p и s даны в табл. I—12, применительно к которой составлено уравнение (I—17).

Таблица I-12
Значение коэффициентов p и s в формуле I—17

Интервал концентрации этанола a , % мас.	Значение	
	p	s
От 0 до 1	0,0178	0,074
От 1 до 52	0,0115	0,0779
От 52 до 76	0,0097	0,1715
От 76 до 100	0,0042	0,6003

Недостатком полученной зависимости является наличие на общих концах двух смежных отрезков области изменения a различных значений A . Поэтому экспериментальную кривую не удастся заменить непрерывной расчетной кривой. Кроме того, эмпирическая (расчетная) кривая не проходит через точку азеотропа. Поэтому предложена [34] система уравнений, в которых эти недостатки по возможности устранены. Область изменения величины разбивалась на 4 отрезка, для каждого из которых предложено соответствующее уравнение, представленное в табл. I—13.

Таблица I-13
Зональные уравнения кривой равновесия

Интервалы концентрации a , % мас.	Уравнения	Номер формулы
0,01—1	$A = -2,5 a^2 + 13,25 a$	(I—18)
1—35	$A = \frac{a}{0,0114a + 0,0189}$	(I—19)
35—70	$A = 0,2543 a + 64,3$	(I—20)
70—100	$A = 0,00029854 a^3 - 0,0635 a^2 + 4,8544 a - 48,95$	(I—21)

Величины, найденные по указанным уравнениям, отличаются от экспериментальных в среднем не более чем на 2%.

П. С. Цыганков [35] предложил разбить кривую равновесия на 5 участков и составил для каждого участка аппроксимирующее уравнение. При этом на всех участках, кроме первого, зависимость выражалась уравнением прямой линии. Уравнения П. С. Цыганкова даны в табл. I—14.

Таблица I-14

Зональные уравнения кривой равновесия

Интервалы концентраций <i>a</i> , % мол.	Уравнения	Номер формулы
0—23	$y = \frac{x}{0,01495 + 0,0773} \%$ мол.	(I—22)
23—55	$y = 0,395x + 45,52\%$ мол.	(I—23)
55—66,5	$y = 0,5087x + 39,27\%$ мол.	(I—24)
66,5—82	$y = 0,6548x + 29,56\%$ мол.	(I—25)
82—89,41	$y = 0,8113x + 15,08\%$ мол.	(I—26)

§ 8. ВЛИЯНИЕ НЕЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ БРАЖКИ НА РАВНОВЕСИЕ В СИСТЕМЕ ЭТАНОЛ—ВОДА

При расчете бражных колонн обычно используют кривую равновесия для системы этанол—вода. Однако в действительности в бражке, кроме летучих веществ, содержится сухой остаток, который, несомненно, должен влиять на равновесие. Вопрос этот был изучен С. Е. Хариным и В. М. Перельгиным [36, 37]. Эти авторы провели эксперименты для изучения влияния на равновесие нелетучих веществ, содержащихся в меласной, зерно-картофельной и свекольной бражке.

Результаты экспериментов, проведенных на приборе циркуляционного типа, приведены в табл. I—15.

Из данных табл. I—15 видно, что наличие нелетучих веществ увеличивает концентрацию спирта в парах по сравнению с концентрацией его в парах над чистым водно-спиртовым раствором. Возьмем, например, зерно-картофельную бражку. При содержании нелетучих 0% (чистый раствор спирта) в парах содержится 31,2% мас. спирта, а при содержании нелетучих 4,67% в парах будет содержаться 32,17% мас. спирта. Чем выше концентрация сухих веществ, тем более увеличение крепости паров.

Авторы [36, 37] показали, что изменение крепости в парах для системы вода—этанол—сухой остаток барды совпадает с таковым для системы вода—этанол—сахароза.

Для этой системы они предложили уравнение, при помощи которого может быть вычислена концентрация спирта в парах, если известна концентрация сахарозы и этанола в жидкой фазе.

Исследования С. Е. Харина и В. М. Перельгина показывают, что при расчете бражных колонн следует пользоваться кривой равновесия, построенной с учетом влияния твердой фазы.

**Равновесие в системе этанол — вода при наличии в растворе
нелетучих веществ**

Содержание, % мас.			Содержание, % мас.			Содержание, % мас.		
нелетучих веществ в бражке	спирта в бражке	спирта в рав- новесной па- ровой фазе	нелетучих ве- ществ в бражке	спирта в бражке	спирта в рав- новесной па- ровой фазе	нелетучих ве- ществ в бражке	спирта в бражке	спирта в рав- новесной па- ровой фазе
Мелассная бражка			Зерно-картофель- ная бражка			Свекольная бражка		
0	3,97	31,0	0	4,0	31,2	0	3,77	30,0
5,56	3,97	31,67	4,67	4,0	32,17	4,2	3,77	31,12
10,76	3,97	33,58	7,05	4,0	32,61	7,1	3,77	31,75
0	6,0	39,8	4,67	6,0	40,81	0	5,88	39,4
5,56	6,0	41,5	7,05	6,0	41,07	4,2	5,88	40,12
10,76	6,0	42,33	4,67	8,0	47,60	7,1	5,88	40,65
0	8,0	46,3	7,05	8,0	48,48	0	8,19	47,0
5,56	8,0	47,86	4,67	9,72	51,87	4,2	8,19	47,76
10,76	8,0	50,17	7,05	9,72	52,83	7,1	8,19	48,21
0	9,72	50,66				0	9,79	51,0
5,56	9,72	52,34				4,2	9,79	52,8
9,72	9,72	53,19				7,1	9,79	53,03

§ 9. ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ВОДНО-СПИРТОВЫХ РАСТВОРОВ

Для проведения тепловых расчетов аппаратуры для перегонки и ректификации спирта необходимо определение таких теплофизических характеристик, как теплота испарения, тепло-содержание, числа Прандтля.

Теплота испарения водно-спиртовых смесей

Для растворов различают следующие понятия.

1. Парциальная теплота испарения данного компонента — количество тепла, которое требуется для испарения массовой единицы данного компонента из раствора, концентрация которого остается постоянной за все время испарения.

2. Интегральная теплота испарения — количество тепла, которое требуется для испарения весовой единицы раствора данной концентрации.

3. Общая дифференциальная теплота испарения раствора — количество тепла, которое необходимо затратить для получения весовой единицы пара требуемого состава из раствора, равновесного с этим паром. При этом количество раствора должно

быть столь велико, что изменение его состава может не приниматься во внимание.

В непрерывно действующих аппаратах мы всегда имеем дело с парами, образующимися из жидкой фазы постоянного состава. Поэтому для непрерывных процессов следует определять общую дифференциальную теплоту испарения раствора.

Сложнее обстоит дело при проведении периодических процессов. Например, при испарении водно-спиртового раствора в кубе ректификационного аппарата периодического действия происходит непрерывное изменение крепости паров и кипящей жидкости. Однако первоначальный раствор никогда не испаряется полностью: всегда остается остаток той или иной крепости. Таким образом, и в этом случае нужно определять дифференциальную теплоту испарения, величина которой непрерывно изменяется в соответствии с изменением состава паров.

Теплоту испарения водно-спиртовых смесей находят расчетным путем, исходя из теплот испарения чистых компонентов.

Хаусбрандт [38], пользуясь данными Тирера, показал, что для веществ, не взаимодействующих одно с другим, рассчитанные и экспериментальные значения теплот испарения совпадают.

Однако спирт и вода не являются веществами индифферентными друг другу. Поэтому вероятно, что полученные без учета их взаимодействия данные не вполне точны.

Подсчет теплот испарения ведется по формуле

$$r_c = ar_a + br_b \text{ ккал/кг,} \quad (I-27)$$

где r_c — теплота испарения смеси;
 a — весовая доля спирта;
 r_a — теплота испарения спирта;
 b — весовая доля воды;
 r_b — теплота испарения воды.

Хаусбрандт [38] для нормального давления принимал r_a равной 205 ккал/кг, $r_b = 544$ ккал/кг. Те же значения принимал Киров [19].

В расчетах, проведенных Гипроспиртом (1946 г.), принято $r_a = 210$, $r_b = 540$.

При подсчетах по формуле (I-27) допускают, что теплота испарения как спирта, так и воды не изменяется с изменением температуры, что неверно.

Мы полагаем, что при расчетах теплоты испарения смеси следует учитывать влияние температуры, так как пренебрежение этим влиянием искажает результаты.

Остановимся также на вопросе о влиянии теплоты разбавления. Вревский [39] показал, что теплота испарения бинарной

смеси двух летучих компонентов должна определяться по уравнению:

$$L = l_1 x' + l_2 (1 - x') + \omega_1 x' + \omega_2 (1 - x'). \quad (I-28)$$

В этом уравнении

L — молекулярная теплота испарения одного моля смеси;

l_1 — молекулярная теплота испарения первого компонента;

l_2 — молекулярная теплота испарения второго компонента;

x' — содержание первого компонента в парах в моль-долях;

$1 - x'$ — содержание второго компонента в парах в моль-долях;

ω_1 — дифференциальная теплота разведения первого компонента, т. е. количество тепла, выделяющегося при прибавлении одного моля первого компонента к бесконечно большому количеству раствора, равновесного с паром данного состава;

ω_2 — то же, для второго компонента.

Физический смысл этого выражения заключается в том, что для перевода некоторого количества раствора в парообразное состояние необходимо затратить энергию на выделение из раствора (данного состава) каждого из компонентов в количестве, соответствующем его содержанию в парах, и на переведение их в парообразное состояние [40].

Тот факт, что теплота разбавления обычно не учитывается, объясняется незначительностью этой величины. По-видимому, она не превосходит в самом неблагоприятном случае 1—2% от величины теплоты испарения. Кроме того, данные о теплотах разведения имеются только для сравнительно низких температур.

Поэтому мы пока воздерживаемся от введения поправки на теплоту разведения и будем подсчитывать теплоту испарения водно-спиртовой смеси по уравнению (I—27) с учетом влияния температуры. Для определения теплот испарения по этой формуле необходимо иметь значения теплот испарения воды и безводного спирта.

Таблица теплот испарения водно-спиртовых смесей

В табл. I—16 (стр. 54—55) приведены значения температур кипения, теплоты испарения и полного теплосодержания пара водно-спиртовых смесей при различных давлениях.

Температуры кипения для давлений больших, чем 1 *ата*, взяты по данным Грумбта [15], для давлений меньших, чем 1 *ата* — по данным Биби и Коультера [41], для нормального

Теплододержание водно-спиртовых смесей при различных давлениях

Таблица I-16

Содержание спирта в парах, % мас.	5 ата				4 ата				3 ата				2 ата			
	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>
0	151,1	152,1	504	656	142,9	143,7	510	654	132,9	133,4	517	650	119,6	119,9	526	646
5	150,5	153,5	487,5	641	142,4	145,2	493,5	639	132,4	135	500,5	635,5	119,1	121,5	509,5	631
10	150,0	157,5	471	628,5	141,9	148,9	477	626	131,8	137,1	484	621	118,6	123,4	493	616
15	149,4	155,1	453	608	141,3	146,9	459,5	606	131,2	136,4	466,5	603	118,0	122,7	475,5	598
20	148,8	153,3	437	590	140,6	144,8	443	588	130,6	134,5	450	585	117,4	120,9	459	580
25	148,0	161,3	420	581	139,8	150,9	426,5	577	129,8	140,2	433,5	574	116,6	124,8	442,5	567
30	147,2	169,3	405	574	139,1	158,7	410	569	128,9	145,6	417	563	115,9	129,8	426	556
35	146,2	165,2	387	552	138,1	154,7	393,5	548	128,0	143,3	400,5	544	115,0	127,6	408,5	536
40	145,2	162,6	372	535	137,1	152,2	377	529	127,1	139,8	384	524	114,2	124,5	392	514
45	143,8	162,5	352,5	515	135,8	153,4	360,5	513	125,9	138,5	367,5	506	112,9	123,1	375,5	499
50	142,5	162,4	339	501	134,5	151,9	344	496	124,7	138,4	351	489	111,7	121,7	359	481
55	140,4	162,8	319,5	482	132,5	151,1	328,5	480	122,8	137,5	335	472,5	109,8	120,8	343	464
60	138,3	163,2	308	471	130,5	151,4	313	464	120,9	136,6	319	456	108,0	117,7	327	445
65	135,0	159,3	288,5	448	127,3	147,6	298	446	117,7	133	303,5	436,5	105,0	113,4	311,5	425
70	131,7	155,4	278	433	124,1	143,9	283	427	114,5	128,2	288	416	102,0	109,1	296	405
75	129,2	151,1	257	408	121,6	138,6	267	406	112,3	122,4	272,5	395	100,1	102,0	279,5	381,5
80	126,6	145,6	247	393	119,1	133,4	251	384	110,0	117,7	257	375	98,2	99,2	263	362
85	126,0	141,1	227	368	118,6	128,1	231,5	360	109,5	113,9	240	354	97,6	94,7	246,5	341
90	125,5	134,3	213	347	118,1	122,8	217	349	109	107,9	223	331	97,0	90,2	230	320
95	124,9	123,6	196,5	320	117,6	114,1	200,5	315	108,5	99,8	206	306	96,3	85,7	213	299
100	124,4	114,5	180	295	117,1	104,2	184	288	108	91,8	189	281	95,7	76,5	196	273

Продолжение табл. I-16

Содержание спирта в парах, % мас.	1,03 ата (760 мм рт. ст.)				0,52 ата (380 мм рт. ст.)				0,26 ата (190 мм рт. ст.)				0,129 ата (95 мм рт. ст.)			
	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>	<i>t</i>	<i>i'</i>	<i>r</i>	<i>i''</i>
0	100,0	100,0	539	639	81,5	81,5	550	631,5	65,35	65,3	560	625	50,5	50,5	569	619,5
5	99,5	101,5	522	623,5	81,2	82,8	533	616	64,8	66,1	542,5	609	50,2	51,2	556	607
10	99,0	102,0	505	607	80,5	82,9	516	599	64,3	66,2	525	591	50,0	51,0	533	584
15	98,2	101,1	488	589	80,1	82,5	499	581	63,7	65,6	508	564	49,5	50,9	515,5	566
20	97,6	100,5	471	571,5	79,5	81,6	482	564	63,2	65,1	491	556	48,9	50,4	498	548
25	97,0	100,4	454,5	555	78,9	82,7	465	548	62,6	65,7	474	540	48,4	50,3	480,5	531
30	96,0	99,8	438	538	78,1	84,3	448	532	62,1	65,8	456	522	47,8	49,7	463	513
35	95,1	97,0	421	518	77,5	82,2	431	513	61,5	63,9	439	503	47,2	47,6	445,5	493
40	94,0	94,9	404	499	76,8	80,6	413,5	494	61,9	62,2	422	484	46,6	46,1	428	474
45	92,8	90,9	388	479	75,9	78,2	397	475	60,4	60,4	404	464	46,0	44,6	410,5	455
50	91,4	87,7	371	459	75,0	76,5	380	456,5	59,8	58,6	387	446	45,4	43,1	393	436
55	90,3	84,9	354,5	439	73,7	73,7	363	437	58,4	56,1	370	426	44,1	40,6	375,5	416
60	88,5	81,4	338	419	72,3	71,6	346	418	57,0	52,4	353	405	42,8	37,7	358	396
65	87,0	77,1	321,5	399	70,3	67,5	329,5	397	55,0	50,1	336	386	41,9	35,6	340,5	376
70	84,8	72,9	305	378	68,2	63,4	313	376	53,0	46,6	319	366	41,0	33,2	323	356
75	82,6	67,7	289	357	66,6	60,6	296	357	51,5	42,7	301	344	39,2	30,6	305,5	336
80	80,6	62,1	273	335	65,0	54,6	279	334	50,0	38,5	284	323	37,3	28,0	288	316
85	79,5	59,6	256	316	64,4	51,5	261,5	313	49,5	36,1	266,5	303	36,1	25,6	270	296
90	78,9	56,8	238	295	63,7	49,0	244	293	49,0	34,3	249	283	34,9	23,7	252	276
95	78,3	53,2	221	274	63,2	46,1	227	273	48,0	31,2	231	262	34,8	22,3	234	256
100	78,3	50,1	204	254	62,7	41,4	210	251	47,0	30,1	214	244	34,7	21,2	216	237

давления — по данным Сореля. Они несколько отличаются от приведенных в табл. I—10, взятых по данным Бергштрема. Все данные для воды взяты по Вукаловичу [42].

Теплоты испарения водно-спиртовых смесей найдены по уравнению (I—27). Теплосодержание паров найдено по уравнению

$$i'' = r_c + c_{cp} t, \quad (I-29)$$

где r_c — теплота испарения смеси;

t — температура конденсации смеси данного состава при данном давлении, °С;

c_{cp} — средняя удельная теплоемкость жидкой водно-спиртовой смеси в интервале от 0 до t °С.

Как указано ранее, при определении r_c по уравнению (I—27) значения r_a и r_b взяты при температуре конденсации пара данного состава.

Рекомендуемые значения не могут претендовать на большую точность, поэтому величины теплот испарения и теплосодержания пара округлены до целых чисел. Значения теплосодержания жидкости i' взяты с первым десятичным знаком.

Число Прандтля для водно-спиртовых растворов

Число Прандтля является одной из основных величин, необходимых при тепловых расчетах. Как известно,

$$Pr = \frac{\nu}{a} = \frac{\nu g c}{\lambda}, \quad (I-30)$$

где ν — кинематическая вязкость¹;

a — температуропроводность;

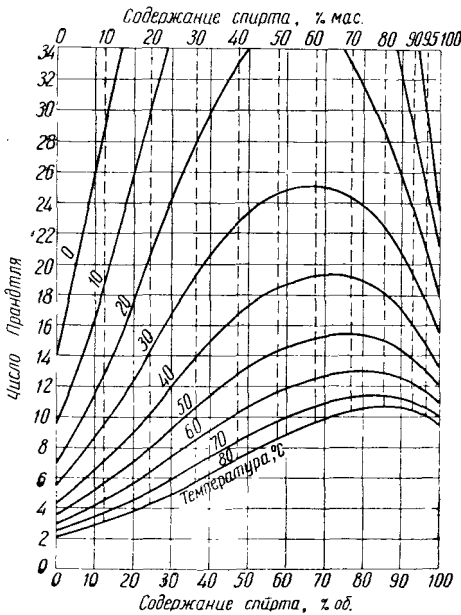


Рис. I-18. Числа Прандтля для водно-спиртовых растворов.

- μ — вязкость;
- g — ускорение силы тяжести;
- c — удельная теплоемкость;
- λ — теплопроводность.

¹ Поскольку число Прандтля — величина безразмерная, значение величин, входящих в него, может быть взято в любой системе единиц.

Число Прандтля определяется величиной констант, зависящих только от физико-химических характеристик вещества, и может быть определено, если они известны. Поэтому может быть составлена таблица значений чисел Прандтля в зависимости от температуры и крепости водно-спиртового раствора. В табл. I—17 приведены числа Прандтля, вычисленные Ройтером [43].

Таблица I-17
Числа Прандтля для водно-спиртовых растворов

Содержание спирта, % мас.	P _г при температуре, °C								
	0	10	20	30	40	50	60	70	80
0	13,7	9,5	7,0	5,5	4,4	3,6	3,0	2,5	2,1
10	28,5	13,5	12,7	9,4	7,1	5,6	4,5	3,7	3,0
20	52,8	30,1	20,4	14,2	10,2	8,0	6,4	5,2	4,3
30	72,7	43,5	27,9	19,1	13,8	10,6	8,5	6,7	5,7
40	81,4	49,9	32,9	22,7	16,6	12,8	10,3	8,4	7,2
50	79,3	50,6	34,7	24,5	18,3	14,2	11,5	9,6	8,5
60	71,5	48,5	34,4	25,1	19,2	15,0	12,4	10,6	9,6
70	62,2	44,5	32,0	24,4	19,2	15,4	12,9	11,2	10,3
80	48,9	37,3	28,6	22,4	18,1	14,9	12,9	11,3	10,6
90	36,0	28,8	23,6	19,3	16,0	13,8	12,1	10,9	10,4
100	23,7	21,1	18,1	15,6	13,3	12,1	10,9	10,1	9,6

На рис. I—18 числа Прандтля даны графически в пределах температур от 0 до 80° C.

Диаграмма $t - x$ для системы этанол — вода

Данные о фазовом равновесии в системе этанол — вода могут быть представлены и иным путем.

На рис. I—19 приведена диаграмма равновесия, построенная в координатах температура — состав. На вертикальной оси диаграммы отложена температура, на горизонтальной — содержание н. к. в жидкой и паровой равновесных фазах.

Нижняя кривая на диаграмме дает температуру кипения при заданном составе жидкой фазы. Например, при содержании в жидкой фазе x' % н. к. температура кипения будет равна t_1 . Верхняя кривая дает состав паровой

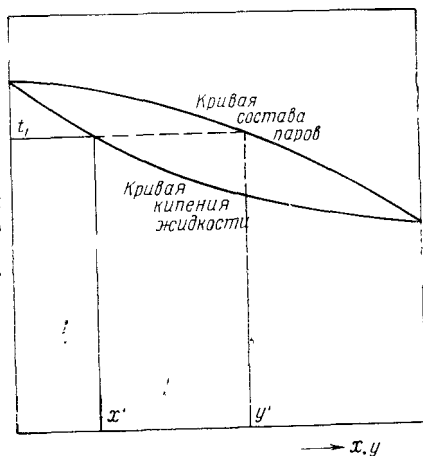


Рис. I-19. Диаграмма $t - x - y$

фазы. Для того чтобы определить этот состав, следует провести горизонтальную линию из точки k до пересечения ее с кривой состава паров. Опустив из этой новой точки перпендикуляр на горизонтальную ось, найдем содержание н. к. в парах y' .

В точке, отвечающей составу азеотропа, верхняя и нижняя линии диаграммы пересекаются. Диаграмма $t-x$, как это будет далее показано, может быть использована при расчетах ректификационных аппаратов.

Тепловая диаграмма ($I-t-x-y$) системы этанол—вода

Для расчетов в области перегонки весьма полезна также энтальпийная диаграмма системы этанол—вода ($I-x$).

Энтальпийная диаграмма (рис. I-20) строится в координатах энтальпия (I)—состав (x).

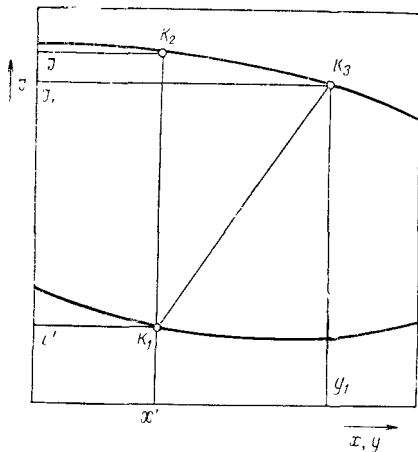


Рис. I-20. Диаграмма $I-x-y$.

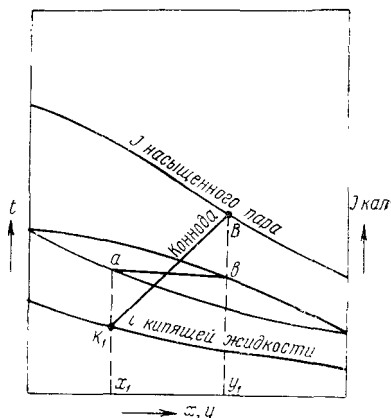


Рис. I-21. Диаграмма $I-t-x-y$.

На горизонтальной оси откладывается содержание н.к. в жидкой фазе в %, на вертикальной — энтальпия. На диаграмме проведено две линии. Нижняя из них дает энтальпию кипящей жидкости, верхняя — энтальпию насыщенного пара. Если из точки x' восстановить перпендикуляр до пересечения с упомянутыми кривыми в точках K_1 и K_2 , то мы получим энтальпии I_1 и I кипящей жидкости и насыщенного пара, содержащего x' этанола.

Найдем состав пара, равновесного с жидкостью, содержащей н.к. Пусть этот пар будет содержать y_1 н.к. Его энтальпию найдем в точке K_3 . Соединяя точки K_3 и K_1 , получим ли-

нию, соединяющую точки энтальпий равновесных составов пара и жидкости. Эта линия носит название **конноды**.

Сетку коннод в энтальпийной диаграмме удобно нанести, соединяя диаграммы $I-x$ и $t-x$, как это показано на рис. I-21.

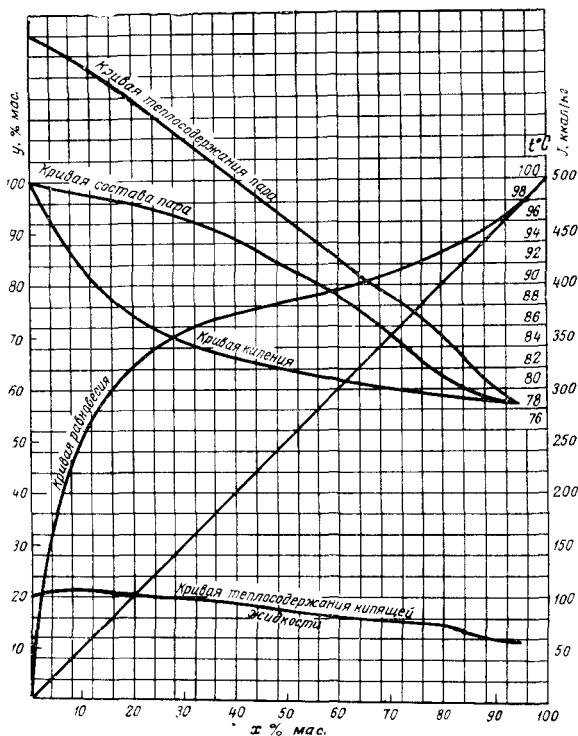


Рис. I-22. Диаграмма $I-t-x-y$ для системы этанол — вода.

Как видно из рисунка, метод построения заключается в том, что при помощи диаграммы $t-x$ находятся точки равновесных составов фаз в энтальпийной диаграмме (K_3, K_1). Соединяя их, получаем конноду. На рис. I-22 представлена диаграмма $I-t-x-y$ для системы этанол — вода.

§ 10. СТРОЕНИЕ ВОДНО-СПИРТОВЫХ СМЕСЕЙ [1, 44]

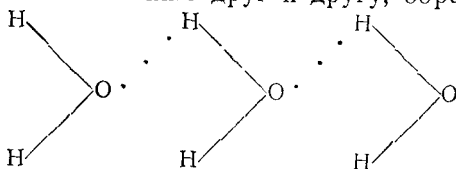
Из изложенного в предыдущих разделах видно, что водно-спиртовые растворы обладают рядом особенностей. Так, при смешении воды и спирта происходит уменьшение объема. Это уменьшение достигает максимума при содержании спирта 46% мас. При смешении спирта и воды выделяется тепло. Те-

плота смешения также имеет максимум при содержании спирта 30% мас. Наличие максимумов характерно также для вязкости водно-спиртовых смесей, коэффициента преломления света и других физических констант.

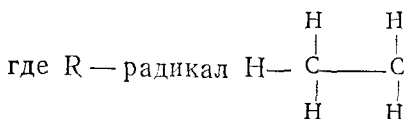
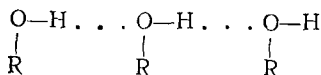
Д. И. Менделеев, изучая водно-спиртовые смеси, пришел к заключению, что между этанолом и водой происходит взаимодействие, в результате которого образуются гидраты — соединения спирта с водой. Интенсивность взаимодействия между молекулами спирта и воды зависит от концентрации спирта в растворе, давления, температуры, что и обуславливает своеобразие изменения физических свойств растворов с изменением их концентрации.

Характер взаимодействия между молекулами воды и этанола весьма сложен и, вероятно, значительную роль здесь играют водородные связи.

Водородная связь — полярная связь, образуемая атомом водорода с другими, наиболее отрицательными атомами, например с кислородом. Благодаря водородной связи молекулы воды ориентируются по отношению друг к другу, образуя комплексы

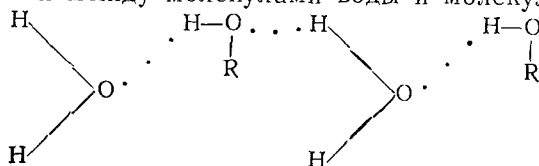


В этиловом спирте водородная связь также образует комплексы



При смешивании воды и спирта водородные связи между одинаковыми молекулами ослабевают, так как расстояние между ними увеличивается. Вследствие этого упругость пара водно-спиртовой смеси больше, чем это наблюдалось бы в идеальном растворе.

Наряду с этим при смешении могут возникнуть новые водородные связи между молекулами воды и молекулами спирта



В спирто-водном растворе имеют место процессы ослабления связей и возникновения новых связей (диссоциация и ассоциация). Эти сложные взаимодействия влияют на величину различных физических констант. Современные представления о строении спирто-водных смесей открывают новые способы влияния на физико-химические свойства водно-спиртовых растворов (имеется в виду влияние на свойства воды и водных растворов обработки воды в потоке магнитными полями [45, 46]). Показано, что этот метод воздействия существенно влияет на свойства воды и водных растворов. Есть основание предполагать, что магнитная обработка воды и водно-спиртовых растворов может оказать влияние на их свойства и положительно, с точки зрения перегонки и ректификации, изменить их.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стабников В. М., Мальцев П. М., Ройтер И. М., Метюшов Б. Д. Этиловый спирт. Государственное издательство технической литературы УРСР, 1959.
2. Калунянц К. А. «Спиртовая промышленность», 1957, № 3.
3. Калунянц К. А. Исследование условий образования эфиров в процессах перегонки бражки и ректификации спирта. Автореферат диссертации. Мичуринск, 1959.
4. Егоров А. С., Козлова Д. А. Труды Киевского филиала ВНИИСПа. Вып. 3, 1956.
5. Девятко В. И., Стабников В. Н. «Известия вузов. Пищевая технология», 1963, № 6.
6. Техническая энциклопедия. Справочник физических, химических и технологических величин. ОГИЗ РСФСР, 1927—1936.
7. Дорошевский А. Г. Исследования в области водно-спиртовых растворов. Ученые записки Императорского московского университета. Вып. XXIX, М., 1911.
8. Фертман Г. И. Справочные таблицы по контролю спиртового производства. М.—Л., Пищепромиздат, 1940.
9. Петрова Р. С., Стабников В. Н. «Пищевая промышленность», № 1, Изд-во «Техника», Киев, 1965.
10. Зельцер Я. В. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 7.
11. Коновалов Д. П. ЖРФХО. Т XVI, 1884.
12. Вревский М. С. ЖРФХО. Т. XVII, XVIII, 1910—1911.
13. Вревский М. С. О составе и упругости пара растворов. Петербург, 1911. см. также сборники работ М. С. Вревского «Работы по теории растворов». Изд-во АН СССР, 1953.
14. Юнг С., Праль В. Теория перегонки. Пищепромиздат, 1937.
15. Kirschbaum E. Destillier- und Rektifizier-technik, Berlin, 1950.
16. Стабников В. Н., Муравская О. Г. Труды КТИППа. Вып. 13, 1953.
17. Киреев В. А. Курс физической химии. Госхимиздат, 1956.
18. Хорсли Л. Таблицы азеотропных смесей. ИЛ, 1951.
19. Киров А. А. Техническая аппаратура спиртового производства. Пищепромиздат, 1937.
20. Hala E., Pick I., Fried V., Vilim O., Vapour Liquid Equilibrium, Pergamon Press, 1959. В русском переводе Хала Э., Пик И., Фрид В., Вилим О. Равновесие между жидкостью и паром. ИЛ, 1962.
21. Метюшев Б. Д., Процюк Т. Б. Известия вузов «Пищевая технология», № 3, 1967.

22. Ошмян Г. Л., Павловская Г. И. Труды ВНИИСПа. Вып. V, 1955.
23. Evans, Ind. and Eng. Chem., 8, 1916; см. также Ind. and Eng. Chem. 13, 1921.
24. Carey I. S. and Lewis W. K. Ind. and Eng. Chem. 24, 1932.
25. Kirschbaum E. und Gestner, V. D. I. Beih. Verfahrenstechnik, 1, 1939.
26. Baker E. M., Hublard R. O., Huquet I. H., Michalowski S. S. Ind. and Eng. Chem. 10, 1939.
27. Jones C. A., Schaenoborn E. M., Colburn A. P., Ind. and Eng. Chem. 4, 1943.
28. Девятко В. И., Стабников В. Н. «Известия вузов. Пищевая технология», 1963, № 4.
29. Коган В. Б., Фридман В. М. Справочник по равновесию между жидкостью и паром в бинарных системах. Госхимиздат, 1957.
30. Харин С. Е., Перелыгин В. М., Ремизов Г. П. «Известия вузов. Пищевая технология», № 3, 1967.
31. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
32. Фалькович Ю. Е. Труды Краснодарского института пищевой промышленности, № 6, 1949.
33. Девятко В. И., Стабников В. Н. «Известия вузов. Пищевая технология», 1962, № 1.
34. Девятко В. И., Стабников В. Н. Сб. «Пищевая промышленность», № 1. Изд-во «Техника», Киев, 1965.
35. Цыганков П. С. Исследование брагоректификационных аппаратов, работающих под атмосферным давлением. Автореферат диссертации КТИПП, 1965.
36. Харин С. Е., Перелыгин В. М. «Известия вузов. Пищевая технология», 1964, № 2, 6.
37. Харин С. Е., Перелыгин В. М. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 6.
38. Хаусбрандт. Действие ректификационных аппаратов. Гостехиздат, 1931.
39. W g e w s k y M. S., Z. f. phys. Chemie, Bd. 144, 1929.
40. Мищенко К. П., Чорбов С. И., ЖОХ, Т. I, 1929.
41. Veebe, Coulter and other, Ind. and Eng. Chem. № 12, 1942.
42. Вукалович М. П. Теплофизические свойства воды и водяного пара. Изд-во «Машиностроение», 1967.
43. Ройтер И. М., Руденко-Грицюк Г. Е. Труды КТИППа. Вып. 21, 1959.
44. Фертман Г. И. и Шульман М. С. Физико-химические основы производства спирта. Пищепромиздат, 1960.
45. Классен В. И. «Известия вузов. Цветная металлургия», 1967, № 5.
46. Дерягин Б. В. Журнал Всесоюзного химического общества имени Д. И. Менделеева, № 5, 1967.

ТЕОРИЯ ПЕРЕГОНКИ БИНАРНЫХ СМЕСЕЙ

В спиртовом производстве перегонке и ректификации подвергается сложная смесь многих летучих компонентов: этилового спирта, воды, высших спиртов, органических кислот, эфиров, альдегидов и других органических соединений.

Основные компоненты этой сложной смеси — этиловый спирт и вода. Рассмотрение процесса перегонки этой бинарной смеси лежит в основе современной теории перегонки и ректификации спирта.

Теория перегонки бинарных смесей разработана весьма основательно трудами многочисленных исследователей и позволяет провести глубокий анализ процесса. Поэтому мы в настоящей главе излагаем теорию перегонки бинарных смесей.

§ 1. СУЩНОСТЬ ПРОЦЕССА РЕКТИФИКАЦИИ

Рассмотрим сначала вопрос о механизме процесса массо-передачи на поверхности межфазного контакта ректификационного аппарата. Основной задачей при этом поставим определение движущей силы процесса. По этому поводу на отдельных этапах развития учения о ректификации высказывались различные взгляды, которые, однако, можно свести к 3 группам: 1) конденсационная теория ректификации; 2) диффузионная теория ректификации; 3) конденсационно-диффузионная теория ректификации.

Согласно первой теории [1], процесс укрепления паров происходит следующим образом. Пар, приходящий в контакт с флегмой, конденсируется, так как между температурой пара и жидкости существует некоторая разница, которая и является движущей силой процесса. При конденсации происходит обогащение жидкой фазы нижекипящим компонентом. За счет выделяющегося тепла конденсации происходит испарение жидкости на тарелке. Выделяющийся пар будет содержать уже больший процент нижекипящего компонента, чем тот пар, который первоначально сконденсировался. Так как молекулярные теплоты испарения для многих перегоняемых бинарных смесей (в том числе и для этилового спирта и воды) близки, то количество молей

выделяющегося пара равно количеству молей сконденсировавшегося пара. Таким образом, количество молей пара и жидкости в колонне по всему сечению ее остается постоянным или, что более верно, почти постоянным.

Таким образом, с этой точки зрения движущей силой процесса ректификации является разность температур Δt .

С точки зрения сторонников диффузионной теории ректификации [2], ректификация является диффузионно-контактным

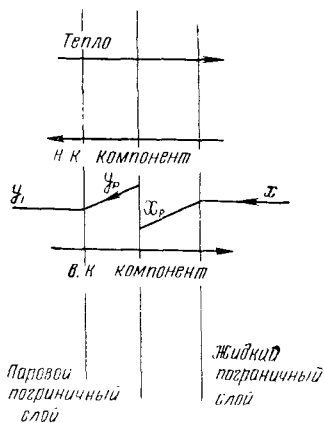


Рис. II-1. Схема тепло- и массопередачи при ректификации.

Чтобы наглядно представить процессы тепло- и массообмена между фазами с точки зрения пленочной теории, рассмотрим рис. II-1.

На этом рисунке изображена граница раздела между паровой и жидкой фазами. По обе стороны этой границы соприкасающиеся фазы покрыты пленками, в которых происходит ламинарное течение. Компоненты, которыми обмениваются фазы, диффундируют через пленки к границе. На границе между паровой и жидкой пленками устанавливается равновесие.

Основной паровой поток содержит нижекипящего компонента $y\%$, основной поток жидкой фазы — $x\%$.

На границе двух фаз $x_p < x$ и $y_p > y_1$. Вследствие этого нижекипящий компонент перемещается из жидкой фазы в паровую. На границе двух фаз тепловые процессы — конденсация и кипение — происходят за счет разности между температурами пара и жидкости.

Таким образом, с изложенной точки зрения движущая сила процесса массообмена при ректификации может быть выражена как через разность между температурами пара и жид-

кости, так и через разность концентраций компонентов $y_p - y$ или $x - x_p$.

При изложении этой теории мы говорили о пограничных пленках на границе соприкасающихся фаз. Гипотеза пограничных пленок в настоящее время считается маловероятной в случае свободной турбулентности, которая имеет место в ректификационных аппаратах. Однако представление о пограничных пленках является удобной моделью для рассмотрения процесса на границе раздела фаз.

Теперь рассмотрим положение о постоянстве молекулярных потоков пара и флегмы в колонне, которое, как будет показано далее, лежит в основе расчета колонн. Выше было изложено объяснение, которое дается этому положению с точки зрения конденсационной теории. Оно объясняется близостью молекулярных теплот испарения этилового спирта ($46 \times 209 = 9614$ ккал/мол) и воды ($18 \times 536 = 9648$ ккал/мол). Это же объяснение и обоснование может быть предложено с точки зрения диффузионно-конденсационной теории.

Может быть показано, что это, основное для многих современных методов расчета, положение сохраняется и при принятии диффузионной теории.

Ход рассуждений при этом может быть следующим. Предположим, что мы имеем в парах, пришедших на тарелку (если речь идет о тарелочных аппаратах), m_1 молей первого компонента с парциальным давлением p_1 и m_2 молей второго компонента с парциальным давлением p_2 .

Общее количество молей $m = m_1 + m_2$ и общее давление $P = p_1 + p_2$.

Известно, что в паровой фазе мы будем иметь:

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{m_1}{m_2}; \quad \frac{P}{p_2} = \frac{m}{m_2}; \quad \frac{P}{p_1} = \frac{m}{m_1}. \quad (\text{II}-1)$$

Предположим теперь, что часть первого компонента продиффундировала в жидкость. Пусть эта часть составляет половину от молевого количества первого компонента, т. е. $\frac{m_1}{2}$.

Решим вопрос, какое количество второго компонента перейдет из жидкой фазы в паровую.

В качестве исходного пункта возьмем то положение, что общее давление $P = p_1 + p_2$ на тарелке остается неизменным.

Если $P = p_1 + p_2 = \text{const}$, то должно быть осуществлено и другое равенство: $m = m_1 + m_2 = \text{const}$, т. е. недостающее количество первого компонента в молях должно быть заменено вторым компонентом, поступающим из жидкой фазы.

Таким образом, и с точки зрения диффузионной теории обмен должен совершаться в отношении моль за моль и молевой поток флегмы и пара должен остаться постоянным для любого

сечения колонны, как это образно представлено на диаграмме (рис. II-2).

На диаграмме изображено движение паров и флегмы в тарелочной колонне и показан обмен компонентами на тарелках. Левая часть графика изображает поднимающиеся в колон-

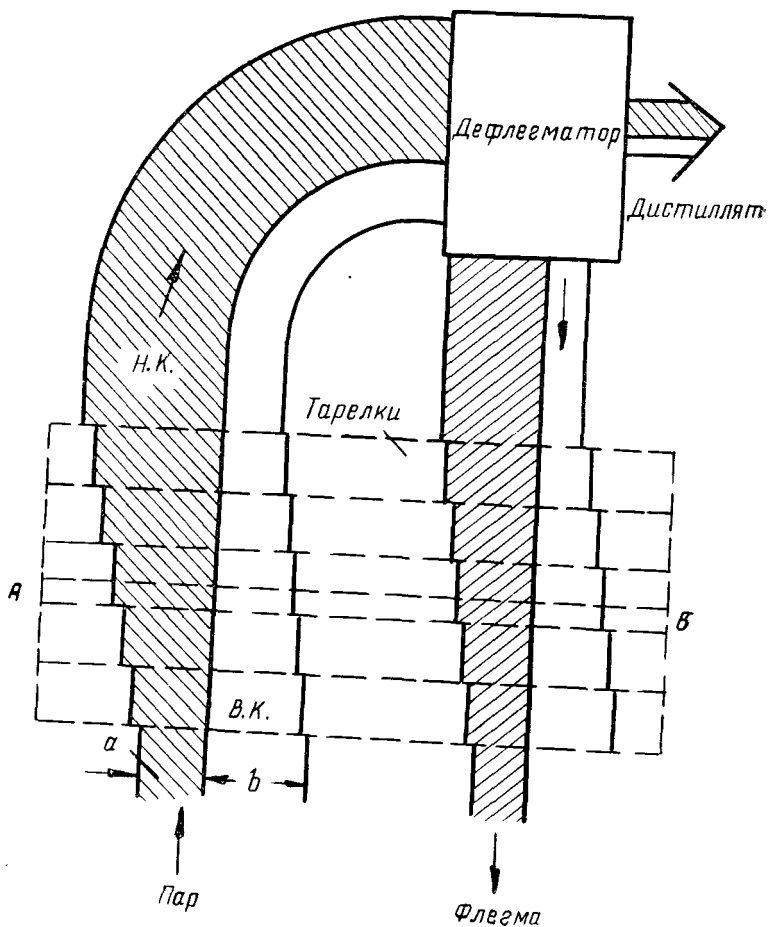


Рис. II-2. Процесс массообмена на тарелках укрепляющей колонны.

не пары, а правая — сливающуюся флегму. Пунктирные линии отвечают тарелкам колонны.

Заштрихованная часть изображает нижекипящий компонент, незаштрихованная — вышекипящий компонент.

Как видно из диаграммы, при движении пара по тарелкам колонны на каждой из них происходит обмен компонентами. При этом содержание нижекипящего компонента в парах возрастает. Одновременно в стекающей флегме происходит накопление вышекипящего компонента.

Обмен на тарелках компонентами происходит моль на моль. Поэтому, как видно из диаграммы, количество молей в паровом и жидком потоках остается постоянным по всей высоте колонны.

§ 2. ГРАФИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ АППАРАТОВ ПО МЕТОДУ КЭБА И ТИЛЕ

Наиболее широко применяемым в спиртовой промышленности методом расчета аппаратов является графический метод расчета, предложенный Кэбом и Тиле [5]. Рассмотрим этот метод расчета применительно к аппарату, состоящему из колонны истощения и колонны обогащения, расположенных одна над другой (рис. II—3).

Таким аппаратом является, например, брагоперегонный аппарат, используемый для получения спирта-сырца из бражки.

Предположим, что:

молекулярные теплоты испарения обоих компонентов равны; теплоты смешения равны нулю;

колонна совершенно изолирована, и потерь тепла в окружающее пространство нет;

питание поступает в колонну при температуре кипения на тарелке питания.

В результате этих допущений может быть найдено, что молевые потоки пара и флегмы в колонне постоянны по всей ее высоте.

Аппарат, изображенный на рис. II—3, является аппаратом непрерывного действия. Он может обогреваться глухим или острым паром. Рассмотрим сначала работу аппарата с обогревом глухим паром.

Колонна укрепления

Дефлегматор 1 снабжает колонну флегмой. Несконденсировавшиеся в дефлегматоре пары поступают в холодильник 2, где образуют сырец-дистиллят.

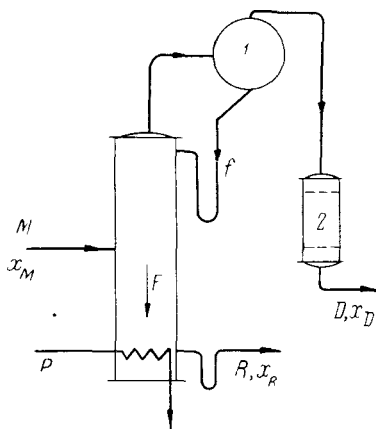


Рис. II-3. Схема одноколонного аппарата непрерывного действия.

Допустим, что дефлегматор укрепляющего действия не производит и, следовательно, только делит на две части пары, поступающие в него из колонны. Одна часть — флегма f — возвращается в колонну, другая часть — дистиллят — является продуктом перегонки.

Рассмотрим материальный баланс верхней укрепляющей части колонны.

Для любого сечения этой колонны между ее тарелками может быть написано уравнение:

$$G = f + D, \quad (\text{II}-2)$$

где G — количество пара, поднимающегося в колонне, *кмоль*;

f — количество флегмы, *кмоль*;

D — количество дистиллята, *кмоль*.

Составим уравнение материального баланса по нижекипящему компоненту для произвольного сечения между тарелками колонны:

$$Gy = fx + Dx_D, \quad (\text{II}-3)$$

здесь: y — количество нижекипящего компонента в паровой фазе; % мол.;

x — то же, во флегме;

x_D — содержание нижекипящего компонента в дистилляте, % мол.

Уравнение (II-3) говорит о том, что для любого сечения между тарелками количество нижекипящего в парах равно сумме нижекипящего во флегме в том же сечении и в дистилляте. В этом можно легко убедиться, рассматривая рис. II-2, на котором графически изображено движение потоков пара и жидкости в колонне.

Из уравнения (II-3) спределим y :

$$y = \frac{fx + Dx_D}{G} = \frac{fx + Dx_D}{f + D}. \quad (\text{II}-4)$$

Обозначим отношение $\frac{f}{D}$ через v и назовем его флегмовым числом. Очевидно, флегмовое число показывает, в каком отношении пар, поступивший из колонны в дефлегматор, делится на флегму и дистиллят. Заменяя в уравнении (II-4) f на vD и произведя преобразования, получим:

$$y = \frac{v}{v+1} x + \frac{x_D}{v+1}. \quad (\text{II}-5)$$

Уравнение (II-5) является уравнением прямой линии и может быть представлено в таком виде

$$X = Ax + B,$$

где A и B — постоянные величины.

Эта прямая линия может быть построена в координатах $y-x$, т. е. в тех же, что и кривая равновесия. Линия эта носит название оперативной, или рабочей, линии и связывает содержание н.к. в парах и в жидкости между любой парой тарелок укрепляющей колонны. Построение этой линии может быть легко выполнено, если известно флегмовое число v и содержание н.к. в дистилляте.

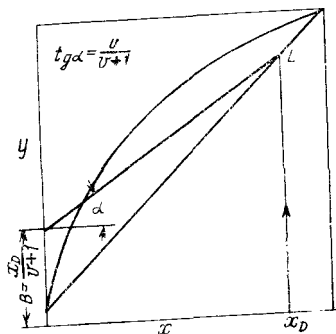


Рис. II-4. Построение рабочей линии верхней колонны. Первый вариант.

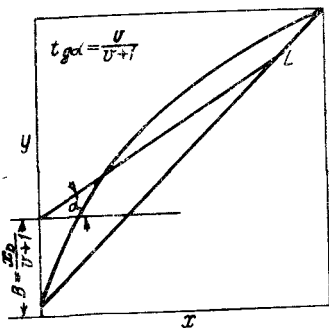


Рис. II-5. Построение рабочей линии верхней колонны. Второй вариант.

Величина $A = \frac{v}{v+1}$ равна тангенсу угла наклона рабочей линии к горизонту α , величина $B = \frac{x_D}{v+1}$ дает величину отрезка на вертикальной оси. Построение рабочей линии показано на рис. II-4.

На рис. II-5 показана более удобная методика построения рабочей линии. Для этого из точки x_D на оси абсцисс восстанавливаем перпендикуляр до пересечения его с диагональю диаграммы. Эта точка будет лежать на рабочей линии и соответствовать верхней тарелке колонны. Вторая точка находится на оси ординат путем откладывания величины B . Соединив обе точки, получим рабочую линию укрепляющей колонны.

Построив рабочую линию и проведя на том же графике кривую равновесия, мы можем графически определить число теоретических контактов (тарелок), необходимых для укрепления паров в заданном интервале концентрации н.к. Построение это приведено на рис. II-6. Построение начинается с точки L , дающей состав дистиллята, флегмы и пара, идущего на дефлегматор ($x_D = y_1$).

Перпендикуляр, опущенный из точки I на горизонтальную ось, дает состав жидкости на первой тарелке сверху. Содержание н.к. в парах, поднимающихся со второй тарелки на первую (y_2), находится при помощи рабочей линии. Для на-

хождения y_2 нужно из точки M на оперативной линии провести горизонталь до пересечения ее с осью ординат.

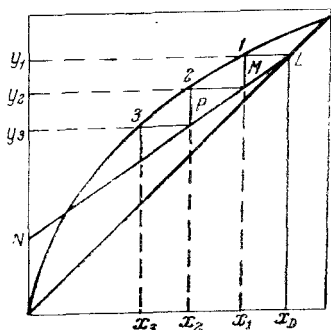


Рис. II-6. Нахождение числа теоретических тарелок.

Точка 2 на кривой равновесия даст состав жидкости на второй тарелке, а точка P на рабочей линии — состав пара, поднимающегося с третьей тарелки на вторую (y_3). Каждая построенная на графике ступень соответствует одной теоретической тарелке.

При построении этого ступенчатого графика мы допускаем, что на тарелке достигается равновесие между фазами, так как мы пользуемся кривой равновесия. Такая тарелка носит название теоретической тарелки; более удачно ее называют ступенью концентрации.

Продолжая это построение, мы можем найти число ступеней концентрации, необходимых для увеличения концентрации н. к., например от x_3 до x_D . Из рис. II-6 мы видим, что число ступеней равно 3.

Колонна истощения

Колонна истощения аппарата непрерывного действия предназначена для выделения из смеси, поступающей на перегонку, нижекипящего компонента. Концентрация н. к. в жидкости, отходящей из колонны, должна быть менее некоторого заданного минимума.

На рис. II-7 приведена схема колонны. Здесь M обозначает количество питания в киломолях, x_M — содержание в нем н. к. (в % мол.), P — количество греющего пара в киломолях; R — остаток от перегонки в киломолях, x_R — содержание н. к. в нем (в % мол.). Пар, поднимающийся в этой колонне, образуется в кубе колонны за счет теплоты конденсации греющего пара P . Последний может быть открытым (острым) или закрытым (глухим). Очевидно, что молевое количество пара, поднимающегося в верхней и нижней колоннах, одинаково. Можно написать

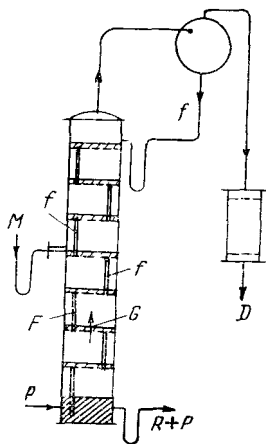


Рис. II-7. Схема одноколонного аппарата. К расчету колонны истощения.

следующие очевидные уравнения материального баланса:

$$M + f = F; \quad (\text{II-6})$$

$$M = R + D; \quad (\text{II-7})$$

$$F - R = G, \quad (\text{II-8})$$

здесь F — общее количество жидкой фазы, стекающей в колонне, в молях.

Можно также написать:

$$Fx - Gy = Rx_R. \quad (\text{II-9})$$

Это уравнение говорит о том, что для любой тарелки колонны разница между содержанием н.к. в жидкости и в парах равна содержанию н.к. в остатке.

Заметим, что при обогреве открытым паром это уравнение запишется несколько иначе, а именно:

$$Fx - Gy = (R + P)x_R. \quad (\text{II-10})$$

Рассмотрим вначале случай обогрева колонны закрытым паром.

Из уравнения (II-9) имеем:

$$x = \frac{Gy - Rx_R}{F}, \quad (\text{II-11})$$

а принимая во внимание (II-8), получим

$$x = \frac{F - R}{F}y + \frac{R}{F}x_R, \quad (\text{II-12})$$

но, учитывая (II-6) и (II-7), напишем:

$$x = \frac{M + f - M + D}{M + f}y + \frac{M - D}{M + f}x_R = \frac{f + D}{M + f}y + \frac{M - D}{M + f}x_R. \quad (\text{II-13})$$

Обозначим отношение $\frac{M}{D}$ через u ; $\frac{f}{D}$ по-прежнему через v ; тогда уравнение (II-13) может быть записано так

$$x = \frac{v + 1}{u + v}y + \frac{u - 1}{u + v}x_R. \quad (\text{II-14})$$

Заметим, что величина u может быть найдена из соотношения:

$$Mx_M = Dx_D + Rx_R. \quad (\text{II-15})$$

Приняв $x_R = 0$, что для брагоперегонных аппаратов близко к истине, получим

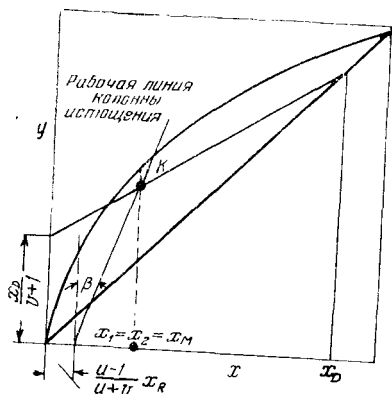
$$\frac{M}{D} = \frac{x_D}{x_M} = u. \quad (\text{II-16})$$

Уравнение (II-14) является уравнением прямой линии в координатах $x-y$. Оно может быть записано так:

$$x = A_1 y + B_1. \quad (\text{II-14}')$$

Эта линия образует на горизонтальной оси отрезок $B_1 = \frac{u-1}{u+v} x_R$, а тангенс угла наклона ее к вертикали β равен

$$\frac{v+1}{u+v}.$$



Это построение приведено на рис. II-8. На том же рисунке выполнено построение рабочей линии верхней колонны. Рабочие линии пересекаются в точке K.

Найдем координаты этой точки. Они должны удовлетворять условию $y_2 = y_1$ и $x_2 = x_1$ (индекс 2 относится к нижней колонне, а 1 — к верхней).

Напишем уравнение нижней колонны в таком виде:

$$y_2 = \frac{x_2 - \frac{u-1}{u+v} x_R}{\frac{v+1}{u+v}} = \frac{u+v}{v+1} x_2 - \frac{u-1}{v+1} x_R = \frac{u+v}{v+1} + \frac{1-u}{v+1} x_R.$$

Для верхней колонны имеем

$$y_1 = \frac{v}{v+1} x_1 + \frac{x_D}{v+1};$$

так как $x_2 = x_1$, то

$$(v+u) x_2 + (1-u) x_R = v x_1 + x_D,$$

или

$$u x_2 + (1-u) x_R = x_D.$$

Отсюда

$$x_2 = \frac{x_D - x_R + u x_R}{u} = \frac{x_D - x_R + \frac{M}{D} x_R}{\frac{M}{D}} = x_D \frac{D}{M} -$$

$$- x_R \frac{D}{M} + x_R = \frac{D}{M} (x_D - x_R) + x_R.$$

Но

$$M = D + R; \quad Mx_M = Dx_D + Rx_R,$$

откуда

$$x_M = \frac{D}{M} x_D + \frac{R}{M} x_R.$$

Отсюда

$$\begin{aligned} x_M &= \frac{D}{M} x_D + \frac{M-D}{M} x_R = \frac{D}{M} x_D + x_R - \frac{D}{M} x_R = \\ &= \frac{D}{M} (x_D - x_R) + x_R. \end{aligned}$$

Следовательно,

$$x_2 = x_M, \quad \text{но } x_1 = x_2,$$

поэтому

$$x_1 = x_2 = x_M.$$

Таким образом, если питание колонны поступает при температуре кипения, то рабочие линии колонн укрепления и истощения пересекаются в точке, которая лежит на вертикали, восстановленной из точки, лежащей на оси абсцисс и отсекающей на ней отрезок x_M (точка K).

Найдем также координаты точки пересечения рабочей линии нижней колонны с диагональю графика. Из уравнения рабочей линии колонны истощения получаем:

$$\frac{u+v}{u+v} x = \frac{v+1}{u+v} y + \frac{u-1}{u+v} x_R,$$

или

$$(u+v)x = (v+1)y + (u-1)x_R,$$

отсюда

$$ux + vx = vy + y + ux_R - x_R.$$

Но для точки, лежащей на диагонали, $x=y=x_0$. В этом случае имеем

$$ux_0 = x_0 + ux_R - x_R; \quad x_0(u-1) = x_R(u-1).$$

Отсюда $x_0 = x_R$, т. е. рабочая линия колонны истощения пересекает диагональ диаграммы в точке, абсцисса которой отвечает концентрации спирта в остатке.

Имея в виду изложенное, можно провести построение рабочих линий укрепляющей и истощающей колонны следующим образом (см. рис. II-9). Из точки x_D на горизонтальной оси восстанавливаем перпендикуляр до пересечения его с диагональю графика. Таким образом находим точку a , лежащую на рабочей линии верхней колонны. Вторую точку этой линии на-

ходим, откладывая отрезок B на вертикальной оси. Соединяя точки a и c , находим положение рабочей линии верхней колонны.

Найдем на горизонтальной оси точки x_R и x_M . Из первой восстанавливаем перпендикуляр до пересечения с диагональю и находим точку d . Из второй восстанавливаем перпендикуляр до пересечения его с линией ca и находим точку K . Соединяя точки K и d , получаем рабочую линию нижней колонны.

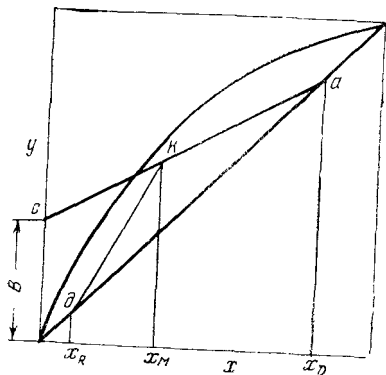


Рис. II-9. Построение рабочих линий колонн укрепления и истощения.

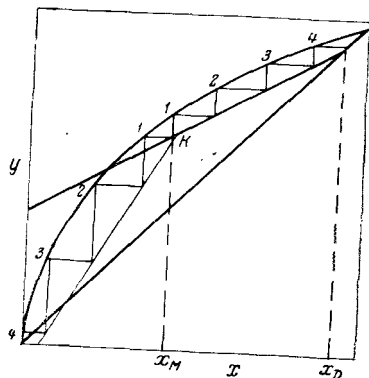


Рис. II-10. Графическое нахождение числа тарелок.

Построение ступенчатого графика для нахождения числа ступеней концентрации показано на рис. II-10.

Составим теперь уравнение рабочей линии истощающей колонны для случая, когда обогрев ведется острым (открытым) паром [6].

В этом случае уравнение материального баланса для кипящего компонента будет иметь следующий вид:

$$Fx - Gy = (R + P)x_R$$

или (так как $F = M + f$; $G = D + f$ и $R = M - D$)

$$(M + f)x - (D + f)y = (M - D + P)x_R,$$

но $P = G$, а $G - D = f$. Следовательно, можно написать

$$(M + f)x - (D - f)y = (M + f)x_R.$$

Решив это уравнение относительно x , заменив M на uD и f на Dv , получим

$$x = \frac{1+v}{u+v}y + x_R. \quad (\text{II-17})$$

Сравнивая это уравнение с уравнением, которое было получено ранее для случая обогрева глухим паром (II—14), мы можем заключить, что угол наклона рабочей линии остается неизменным; что касается отрезка на горизонтальной оси, то он увеличивается и становится равным x_R .

Число ступеней концентрации при одном и том же x в колонне с обогревом острым паром должно быть меньшим, так как остаток разбавляется конденсатом греющего пара.

Представим выражение $\frac{1+v}{u+v}$ в другой форме. Поскольку $v = \frac{f}{D}$ и $u = \frac{M}{D}$, мы имеем $\frac{1+v}{u+v} = \frac{D+f}{M+f} = \frac{G}{F}$ и уравнение (II—17) может быть записано так:

$$x = \frac{G}{F} y + x_R. \quad (\text{II—18})$$

Здесь $\frac{G}{F}$ — отношение молевых потоков пара и жидкости в колонне истощения. Очевидно, что $\frac{G}{F} = \text{tg } \beta$, где β — угол наклона рабочей линии колонны истощения к вертикали.

§ 3. ПОСТРОЕНИЕ РАБОЧИХ ЛИНИЙ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ПИТАНИЯ, ЛЕЖАЩЕЙ НИЖЕ ТОЧКИ КИПЕНИЯ ЖИДКОСТИ

Изложенные выше методы построения рабочих линий справедливы для случая, когда температура питания равна температуре кипения жидкости на тарелке питания. Однако в практике перегонки питающая жидкость нередко поступает при более низкой температуре. Бывают также случаи, когда жидкость нагрета выше температуры кипения на питающей тарелке.

Рассмотрим случай, когда питание не догрето до температуры кипения. В этом случае на приемной тарелке происходит нагрев питания до температуры кипения за счет конденсации части паров, пришедших с нижележащей тарелки. Это приведет к увеличению количества стекающей с питающей тарелки жидкости. Обозначим температуру питания через t_1 ; температуру кипения на приемной тарелке через t_2 ; теплоемкость 1 моля питания обозначим через $C_M = cM_0$, где c — удельная теплоемкость (в ккал/(кг·град)), M_0 — молекулярный вес питания; r — теплота испарения питания (в ккал/кг).

Для того чтобы учесть увеличение количества жидкости на питающей тарелке за счет недогрева, при построении рабочей линии будем умножать величину питания M на коэффициент K , больший единицы. Значение этого коэффициента можно найти из следующих соображений.

Для приведения в состояние кипения 1 кмоль недогретого питания потребуется тепла:

$$C_M(t_2 - t_1) + M_0 r. \quad (\text{II—19})$$

1 кмоль конденсирующихся паров, поступающих на приемную тарелку снизу, отдает $M_0 r$ ккал тепла. Отсюда

$$K = \frac{C_M(t_2 - t_1) + M_0 r}{M_0 r}. \quad (\text{II—20})$$

Умножая M на K , мы получим количество жидкости, стекающей с приемной тарелки, увеличенное за счет конденсации паров.

Следовательно, в нижней колонне количество стекающей жидкости будет равно

$$F = f + KM. \quad (\text{II—21})$$

Вследствие изложенного положение точки пересечения рабочих линий сместится. Из приведенных ранее уравнений может быть найдено, что геометрическим местом точек пересечения рабочих линий верхней и нижней колонны является прямая, отвечающая уравнению:

$$Kx - (K - 1)y = x_M. \quad (\text{II—22})$$

Если положить $y = x$, т. е. взять точку, лежащую на диагонали, то мы получим $x = y = x_M$, т. е. это будет точка, лежащая на пересечении диагонали графика и перпендикуляра, восстановленного из точки x_M . Если же положить $y = 0$, то $x = \frac{x_M}{K}$, т. е. вторая точка рассматриваемой линии будет лежать на оси абсцисс, образуя отрезок $\frac{x_M}{K}$.

Построение рабочих линий выглядит так, как это показано на рис. II—11.

Из уравнения (II—22) видно, что при $K = 1$, т. е. при вводе питающей жидкости при температуре кипения, $x = x_M$, как было найдено ранее.

Если же питание поступает при температуре, более высокой, чем температура кипения на тарелке питания, то величина K становится меньше единицы и $\frac{x_M}{K} > x_M$.

На рис. II—12 показаны три рассмотренные выше положения линии пересечения, т. е. линии, на которой пересекаются рабочие линии верхней и нижней колонны.

Из уравнения (II—22) можно вывести, что при вводе питания в виде паров K становится равным нулю, а $\frac{x_M}{K} = \infty$, т. е.

линия пересечений становится параллельной оси абсцисс. Если питание вводится частично в виде пара, а частично в виде жидкости, то линия пересечений будет лежать между линией пересечений для ввода перегретой жидкости и линией пересечений для парового питания [7, 8].

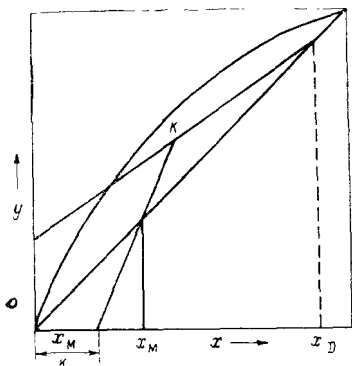


Рис. II-11. Построение рабочих линий при недогреве питания.

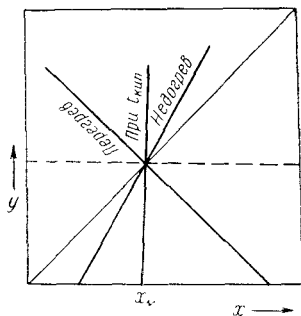


Рис. II-12. Построение линии пересечения при различной температуре питания.

§ 4. МИНИМУМ ФЛЕГМЫ

Положение оперативных линий зависит от величины флегмового числа v . Найдем предельные положения оперативной линии колонны укрепления. Одним из пределов будет тот случай, когда $v = \infty$. Это будет иметь место, когда отбор дистиллята не производится и весь паровой поток, конденсируясь в дефлегматоре, возвращается в колонну.

В этом случае $D=0$, $v = \frac{f}{D} = \infty$. Оперативная линия колонны укрепления в этом случае, как это видно из уравнения $y = \frac{v}{v+1}x + \frac{x_D}{v+1}$, совпадает с диагональю графика, так как $\frac{x_D}{v+1} = \frac{x_D}{\infty} = 0$.

На рис. II-13 приведен график, построенный для нахождения числа теоретических тарелок при различных значениях флегмового числа. Из графика видно, что при $v = \infty$ тарелки колонны имеют наибольший укрепляющий эффект, а следовательно, число их будет минимальным.

Второе предельное значение флегмового числа соответствует минимуму флегмы. Оперативная линия колонны укрепления

проходит в этом случае через точку N на кривой равновесия. Эта точка лежит на перпендикуляре, восстановленном из точки x_K , где x_K — содержание н. к. в флегме, стекающей с нижней тарелки.

В этом случае число тарелок, необходимых для перегонки, равно бесконечности, что очевидно из чертежа.

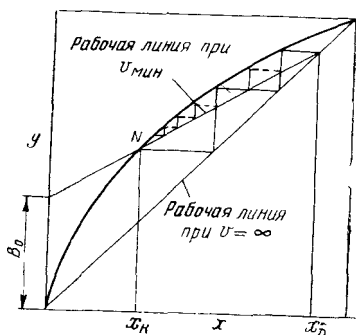


Рис. II-13. Пределы изменения флегмового числа (v).

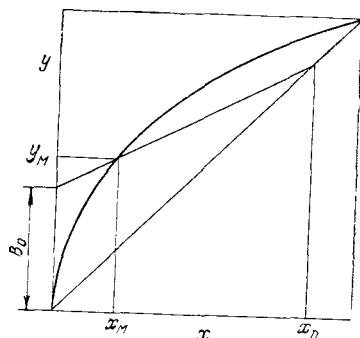


Рис. II-14. Графическое нахождение v_{\min} .

Что это положение рабочей линии является предельным, видно из того, что при дальнейшем уменьшении флегмового числа рабочая линия пройдет так, что ступенчатый график не может быть закончен в точке N .

Измерив отрезок B_0 , мы можем определить v_{\min} , так как

$$\frac{x_D}{v_{\min} + 1} = B_0 \text{ и } v_{\min} = \frac{x_D - B_0}{B_0}.$$

v_{\min} может быть определено и аналитическим путем.

Из уравнения

$$y = \frac{v}{v + 1} x + \frac{x_D}{v + 1}$$

можно найти, что

$$v = \frac{x_D - y}{y - x}.$$

Но при $v = v_{\min}$, $x_K = x_M$, что нетрудно увидеть, если на графике (рис. II-14) построить рабочую линию колонны истощения. В таком случае $y = y_M$, т. е. содержанию н. к. в парах, равновесных с жидкостью, содержащей x_M нижекипящего компонента.

Тогда

$$v_{\text{мин}} = \frac{x_D - y_M}{y_M - x_M}. \quad (\text{II}-23)$$

Однако это уравнение применимо не всегда и не для всех бинарных смесей. Например, для системы этиловый спирт — вода, имеющей седлообразную кривую равновесия, при некоторых концентрациях это уравнение неприменимо, так как кривая равновесия может пересечь рабочую линию в двух точках.

Минимум флегмы соответствует минимальной затрате тепла и бесконечному числу тарелок. Так как колонну с бесконечным числом тарелок построить невозможно, то невозможна и работа с минимумом флегмы. Поэтому практически при расчете колонн, определив минимум флегмы, увеличивают его, умножая на коэффициент, больший единицы.

К. П. Андреев [9, 10] предложил определять минимальное флегмовое число не только из условий работы колонны укрепления, но и с учетом условий работы колонны истощения.

Рассматривая уравнение рабочей линии нижней колонны

$$x = \frac{v+1}{u+v} y + \frac{u-1}{u+v} x_R,$$

мы видим, что второй член этого уравнения в случае полного исчерпывания равен нулю, так как $x_R=0$. Но $Rx_R = Mx_M - Dx_D$, где $R = M - D$.

Отсюда

$$x_R = \frac{Mx_M - Dx_D}{M - D}.$$

Когда $x_R=0$, то $Mx_M = Dx_D$ и $\frac{M}{D} = u = \frac{x_D}{x_M}$.

Графически этот случай может быть представлен следующим образом (рис. II—15).

Из рассмотрения рис. II—15 следует, что $\frac{y_M}{x_M} = \text{tg } \alpha = \frac{u + v_{\text{мин}}}{v_{\text{мин}} + 1}$.

Но $\frac{y_M}{x_M} = K$ — коэффициенту испарения нижекипящего компонента. Отсюда

$$\frac{u + v_{\text{мин}}}{v_{\text{мин}} + 1} = K.$$

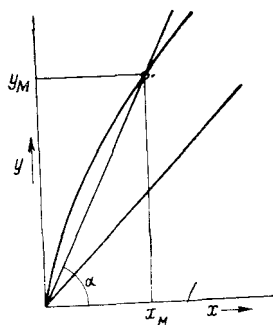


Рис. II-15. К выводу уравнения Андреева.

Решая это уравнение в отношении $v_{\text{мин}}$, получим

$$v_{\text{мин}} = \frac{M - KD}{KD - D}. \quad (\text{II}-24)$$

Это уравнение отвечает случаю полного истощения, т. е. $x_R = 0$, и связывает: количество навалки в молях M , коэффициент испарения н.к. K и количество дистиллята D (также в молях).

Это уравнение дает возможность вычислить минимальное флегмовое число, при котором обеспечивается полное истощение н.к. из смеси, поступающей при температуре кипения.

Для выбора флегмового числа полезно построить график зависимости v от числа теоретических тарелок z_T (рис. II-16). При уменьшении v число тарелок увеличивается вначале медленно, а затем очень быстро. Следует выбирать v

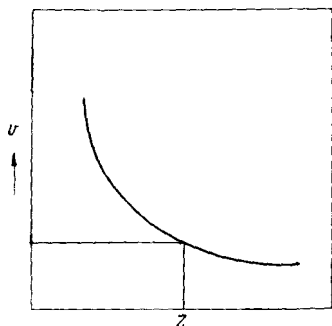


Рис. II-16. Кривая $v=f(z)$.

в точке перегиба кривой, где незначительное уменьшение v ведет к значительному увеличению z .

§ 5. АНАЛИТИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСЛА ТАРЕЛОК КОЛОННЫ ИСТОЩЕНИЯ

Графический метод определения числа тарелок неудобен в том случае, когда остаток после перегонки содержит малое количество н.к., так как для нахождения числа тарелок приходится вычерчивать график в большом масштабе.

Поэтому для определения числа тарелок в нижней части колонны истощения целесообразно применять аналитическую формулу.

Для вывода этой формулы рассмотрим n -ю тарелку колонны (рис. II-17). На эту тарелку с вышележащей тарелки $n+1$ приходит жидкость, содержащая Fx_{n+1} нижекипящего компонента. С n -й тарелки приходит пар, содержащий Gy_{n-1} н.к. С n -й тарелки уходит н.к. в парах Gy_n и в жидкости Fx_n .

Очевидно, что при установившейся работе аппарата справедливо уравнение:

$$Gy_n + Fx_n = Gx_{n-1} + Fx_{n+1}. \quad (\text{II}-25)$$

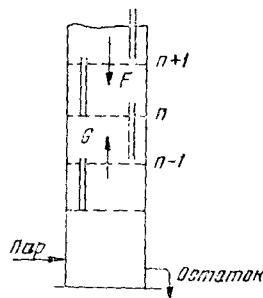


Рис. II-17. Схема колонны истощения.

Пусть коэффициент испарения н. к. на рассматриваемых тарелках будет равен K_{n-1} , K_n , K_{n+1} .

Напомним, что коэффициентом испарения называется отношение содержания компонента в парах к содержанию его в жидкости, находящейся в равновесии с паром.

Мы можем написать

$$K_n = \frac{y_n}{x_n}; \quad K_{n-1} = \frac{y_{n-1}}{x_{n-1}}.$$

Перепишем уравнение (II-25) так:

$$GK_n x_n + Fx_n = Gx_{n-1} K_{n-1} + Fx_{n+1}$$

или

$$Fx_{n+1} - Fx_n = GK_n x_n - GK_{n-1} x_{n-1}$$

и, наконец,

$$x_{n+1} - x_n = \frac{G}{F} (K_n x_n - K_{n-1} x_{n-1}). \quad (\text{II-26})$$

В этом уравнении коэффициент испарения является функцией концентрации спирта. При концентрациях спирта в жидкости от 0 до 0,2% мол. K равен приблизительно 13. Напишем уравнение (II-26) для ряда последовательных пар смежных тарелок:

$$x_{n+1} - x_n = \frac{GK}{F} (x_n - x_{n-1});$$

$$x_n - x_{n-1} = \frac{GK}{F} (x_{n-1} - x_{n-2});$$

.....

$$x_2 - x_1 = \frac{GK}{F} (x_1 - x_0);$$

$$x_1 - x_0 = \frac{GK}{F} (x_0 - 0).$$

Здесь x_0 — концентрация нижекипящего компонента в кубе. Концентрация н. к. в греющем паре, естественно, равна нулю. Сложив правые и левые части уравнений, получим:

$$x_{n+1} - x_0 = \frac{GK}{F} x_0 \frac{\left(\frac{GK}{F}\right)^{n+1} - 1}{\frac{GK}{F} - 1}$$

и

$$\frac{x_{n+1}}{x_0} = \frac{\left(\frac{GK}{F}\right)^{n+1} - 1}{\frac{GK}{F} - 1}$$

Решая эти уравнения относительно n , получим уравнение Сореля — Харина:

$$n = \frac{\lg \left[1 + \frac{x_{n+1}}{x_0} \left(\frac{GK}{F} - 1 \right) \right]}{\lg \frac{GK}{F}} - 1. \quad (\text{II-27})$$

Это уравнение может быть применимо только в случае, когда $K = \text{const}$. При увеличении концентрации н. к. в жидкой фазе выше 0,2% мол. уравнение уже неприменимо, так как K заметно уменьшается и уже при 0,4% мол. становится равным 11,6.

Как видно из изложенного выше, уравнение (II-27) дает нам число тарелок, необходимых для истощения питания от x_{n+1} % мол. н. к. до x_0 при обогреве открытым паром, не содержащим нижекипящего компонента.

Цыганков [6] провел анализ уравнения (II-27) и выяснил, что оно приложимо только для случая обогрева колонны открытым паром при условии, что $K \neq \frac{F}{G}$.

В том случае, когда $K = \frac{F}{G}$, число тарелок находится из уравнения

$$n = \frac{x_{n+1}}{x_0} - 1. \quad (\text{II-28})$$

§ 6. РАСЧЕТ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ ПРИ ПОМОЩИ ЭНТАЛЬПИЙНОЙ ДИАГРАММЫ [11]

Процесс ректификации бинарной смеси может быть изображен также в энтальпийной диаграмме $l-x$. Рассмотрим метод построения. Выведем предварительно уравнение процесса. Для колонны укрепления можно написать уравнение материального баланса

$$G - f = D = \text{const} \quad (\text{a})$$

и

$$Gy - fx = Dx_D = \text{const}. \quad (\text{б})$$

Здесь G — масса паров, поднимающихся в колонне, кг/ч;
 f — масса стекающей флегмы, кг/ч;
 D — масса дистиллята, кг/ч;
 x_D — содержание н. к. в дистилляте, % мас.

Напишем также уравнение теплового баланса для колонны укрепления:

$$GI - fi = DI_D + Q_D = \text{const.} \quad (\text{в})$$

Здесь Q_D — тепло, отводимое в дефлегматоре, ккал/кг;

I — энтальпия паров, ккал/кг;

i — энтальпия флегмы, ккал/кг;

I_D — энтальпия дистиллята, ккал/кг.

Из уравнений (а) и (б) получим

$$\frac{Gy - fx}{G - f} = \frac{Dx_D}{D} = x_D = \text{const.} \quad (\text{II-29})$$

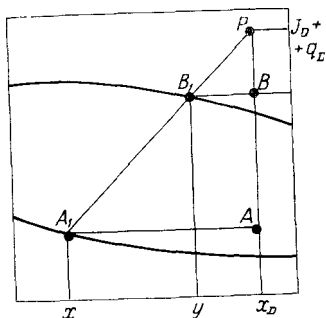


Рис. II-18. Нахождение полюса P в диаграмме $I-x-y$.

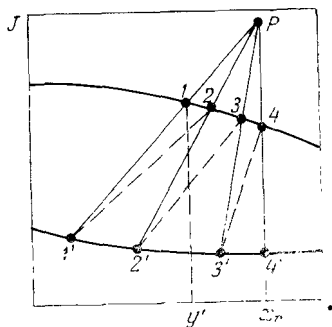


Рис. II-19. Изображение процесса укрепления в $I-x-y$ -диаграмме.

Из уравнений (в) и (а) получим

$$\frac{GI - fi}{G - f} = \frac{DI_D + Q_D}{D} = I_D + q_D = I = \text{const.} \quad (\text{II-30})$$

Здесь q_D — тепло, отводимое в дефлегматоре на каждый 1 кг дистиллята.

Уравнения (II-29) и (II-30) дают положение точки P , координаты которой x_D и $I_D + q_D$ (см. рис. II-18).

Точка P именуется полюсом и имеет следующее свойство: прямая, проведенная через нее и точку A_1 , отвечающую составу жидкости в некотором сечении колонны (рис. II-18), дает на пересечении с кривой состава паров точку B_1 , отвечающую составу пара в том же сечении. Отношение отрезков PB_1 к PA_1 дает значение флегмового числа v .

Найдя положение полюса на энтальпийной диаграмме, можно выполнить построение для определения числа необходимых для разгонки контактных ступеней.

На рис. II—19 показана энтальпийная диаграмма с нанесенной сеткой коннод (пунктирные линии).

Находим положение конноды полюса P . Допустим, что состав пара, поступающего с верхней тарелки колонны истощения, дан точкой 1 на кривой энтальпии паров. Жидкость, стекающая с этой тарелки, будет иметь состав, согласно предыдущему, отвечающий точке $1'$ на линии энтальпии жидкости. Состав пара, равновесного этой жидкости, поднимающейся на первую тарелку со второй, найдем при помощи конноды $1'-2$. Точка 2 даст состав этих паров. Жидкость, стекающая со второй тарелки, будет соответствовать точке $2'$. Дальнейшее построение ведется аналогично.

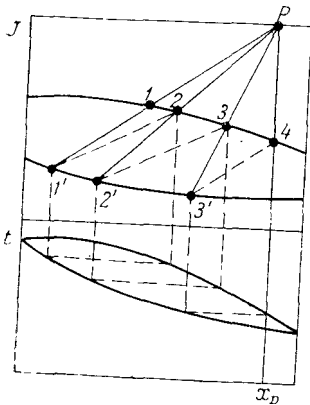


Рис. II-20. Изображение процесса укрепления в $I-t-x-y$ -диаграмме.

Из построения на рис. II—19 видно, что пар, поднимающийся с третьей тарелки, будет иметь состав x_D . Значит, для перегонки достаточно трех ступеней концентрации (теоретических тарелок).

Построение такого рода может быть выполнено только в том случае, если имеется диаграмма с нанесенной на ней густой сеткой коннод. Алядин [12] предложил более удобный способ построения при помощи комбинированной $I-t-x-y$ -диаграммы (рис. II—20).

Для этого построения в энтальпийной диаграмме наносятся только линии состава паров и кипения жидкости. Конноды же строятся по ходу графического расчета при помощи $t-x$ -диаграммы, как это показано на рис. II—20.

Рассмотрим, как проводится расчет колонны истощения при помощи энтальпийной диаграммы.

Для этой колонны в случае глухого обогрева можно написать

$$F - G = R; \quad (II-31)$$

$$Fx + Gy = Rx_R \quad (II-32)$$

и

$$Q_R + Fi = Gl + Ri_R, \quad (II-33)$$

где F — количество жидкости, стекающей в колонне истощения, кг/ч;

R — остаток, кг/ч;

i_R — энтальпия остатка, ккал/кг;

Q_R — количество тепла, вводимого в колонну, ккал/ч.

Из уравнений (II—31, II—32 и II—33) можно получить следующие выражения:

$$Fi - Gi = Ri_R - Q_R;$$

$$Fx - Gy = Rx_R;$$

$$\frac{Fx - Gy}{F - G} = \frac{Rx_R}{R} = x_R; \quad (\text{II—34})$$

$$\frac{Fi - Gi}{F - G} = \frac{Ri_R - Q_R}{R} = i'_0; \quad (\text{II—35})$$

$$\frac{Fi - Gi}{F - G} = i_R - q_R = i'_0, \quad (\text{II—36})$$

где q_R — тепло, вводимое в колонну, на каждый килограмм остатка.

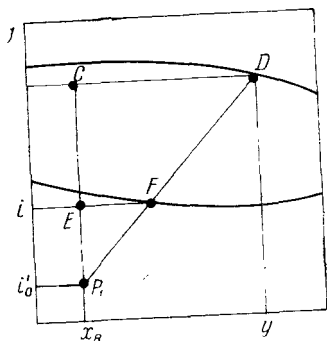


Рис. II-21. Нахождение полюса P_1 в $I-x-y$ -диаграмме.

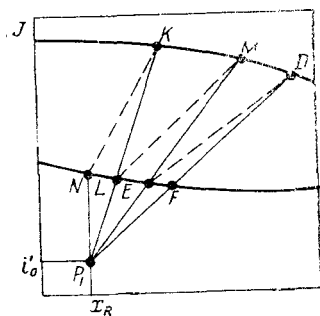


Рис. II-22. Изображение процесса в колонне истощения.

Координаты x_R и i'_0 определяют положение второго полюса P_1 . Этот полюс обладает тем свойством, что прямая, проведенная из него, пересекает линии теплосодержаний в точках, соответствующих составам жидкости и пара в любом сечении колонны истощения (см. рис. II—21). На рис. II—22 показано построение графического расчета для определения числа ступеней контакта в колонне истощения. Построение начинается с определения полюса P_1 . Допустим, что содержание этанола (н.к.) в жидкости, стекающей на верхнюю тарелку колонны истощения, задано точкой F . Состав пара, поднимающегося с этой тарелки, будет найден построением луча P_1FD в точке D . Дальнейший ход построения виден из рис. II—22. Конноды на

этом рисунке показаны пунктиром. Построение продолжается до того момента, пока луч KN не придет в точку N , лежащую на перпендикуляре, восстановленном из точки x_R .

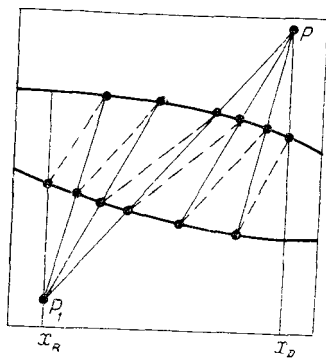


Рис. II-23. Процесс ректификации в полной ректификационной колонне.

Построение может быть проведено также и по методу Алявдина [12].

Расчет полной колонны, состоящей из колонн укрепления и истощения, показан на рис. II-23. Построение основано на том свойстве диаграммы, что точка, отвечающая составу питания, и полюс лежат на одной прямой, называемой **главной линией**.

Построив главную линию по заданным условиям перегонки, далее строят расчетный график для каждой из колонн по предложенной ранее методике.

Энтальпийная диаграмма и ее применение для расчета ректификационных аппаратов изложены более детально в ряде работ [11, 12, 13, 14, 15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Хаусбрандт Е. Действие ректификационных аппаратов. Госнабтехиздат, 1931.
2. Багатуров С. А. Курс теории перегонки и ректификации. Гостоптехиздат, 1954.
3. Аношин И. М. Исследование аппаратов с сетчатыми тарелками для ректификации спирта. Автореферат канд. диссертации. МТИПП, 1952.
4. Kirschbaum E. Destillier- und Rektifiziertechnik, Springer-Verlag, 1960.
5. McCabe W. and Thiele E. Ind and Eng. Chem., № 17, 1925 (см. также «Химическая промышленность», 1927, № 9).
6. Цыганков П. С. Труды КТИППа им. А. И. Микояна, Вып. 15, 1955.
7. Paris A. Les procedes de Rectification dans l'industrie chimique, Dunod, 1959.
8. Цыбаровский Я. Процессы химической технологии. Госхимиздат, 1958.
9. Андреев К. П. «Гидролизная промышленность», 1949, № 2.
10. Андреев К. П. Теоретические основы и разработка методов совершенствования производства этилового спирта и кормовых дрожжей при комплексной переработке растительного непищевого сырья. Доклад, КТИПП, 1965.
11. Стабников В. Н. Метод расчета брагоперегонных колонн при помощи комбинированной $I-t-x-y$ -диаграммы. Гостехиздат Украины, 1950.
12. Алявдин Н. А. «Химическое машиностроение», 1940, № 11-12.
13. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
14. Добросердов Л. Л. Труды Ленинградского технологического института пищевой промышленности. Т. II (X), 1951.
15. Бошнякович Ф. Техническая термодинамика. Пер. с нем. Ч. II. М.—Л., Госэнергоиздат, 1956.

КОНСТРУКЦИЯ КОНТАКТНЫХ УСТРОЙСТВ БРАГОПЕРЕГОННЫХ И РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

§ 1. НАЗНАЧЕНИЕ КОНТАКТНЫХ УСТРОЙСТВ (К. У.) И ИХ КЛАССИФИКАЦИЯ

Основным элементом любого аппарата для перегонки и ректификации является устройство, служащее для многократного или непрерывного приведения в тесный контакт паровой и жидкой фаз. Этот тесный контакт, необходимый для осуществления процесса массопередачи в аппаратах, может быть создан различными путями.

В спиртовой промышленности получили преимущественное распространение колонные аппараты с ситчатыми и колпачковыми тарелками.

Бурный рост химической и нефтеперерабатывающей промышленности за последние десятилетия обусловил появление большого числа разнообразных новых контактных устройств. Хотя эти устройства не получили еще применения в спиртовой промышленности, мы считаем необходимым рассмотреть их в этой главе, так как некоторые из них могут оказаться перспективными для применения в спиртовой промышленности.

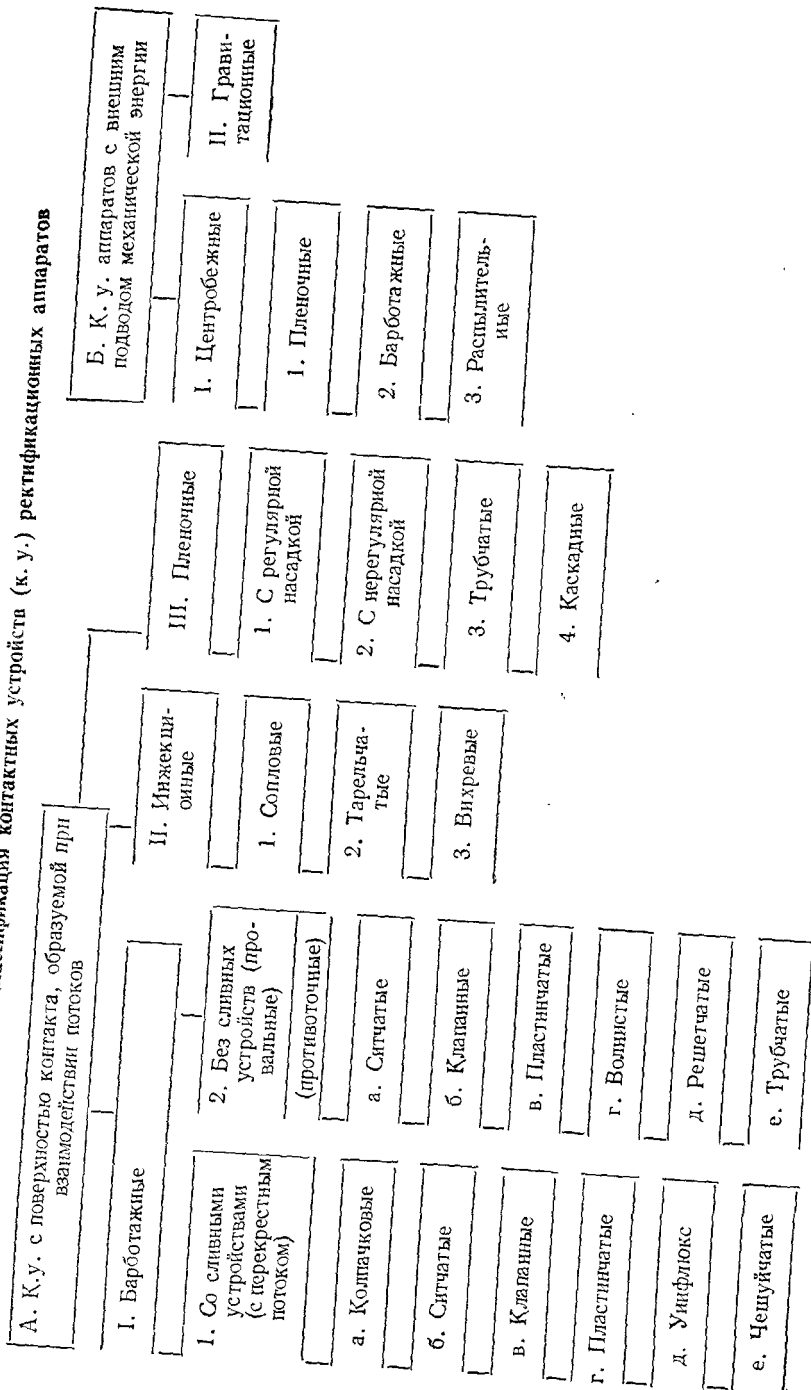
Контактные устройства можно классифицировать, положив в основу способ, при помощи которого образуется поверхность контакта.

В барботажных контактных устройствах поверхность контакта создается при прохождении пузырей и струй пара через жидкость. Этот способ наиболее распространен.

В инжекционных к.у. пар, движущийся с большой скоростью, увлекает жидкость и образует двухфазную систему, при движении которой между фазами происходит обмен компонентами.

В пленочных к.у. контакт создается на поверхности насадок, труб или пластин, по которым стекает жидкость, омываемая контактирующим с ней паром. Следует, однако, сказать, что пленочные к. у. при некоторых условиях могут работать как барботажные.

Классификация контактных устройств (к. у.) ректификационных аппаратов



Эти три типа к. у. имеют одну объединяющую их черту: поверхность контакта в них создается при взаимодействии потоков пара и жидкости без затраты механической энергии.

Особую группу составляют к. у., в которых межфазный контакт достигается не только за счет взаимодействия потоков, но и за счет механической энергии, подводимой извне.

Рассмотрим, придерживаясь этой классификационной схемы, основные типы контактных устройств с точки зрения возможности их использования при перегонке и ректификации спирта.

§ 2. БАРБОТАЖНЫЕ КОНТАКТНЫЕ УСТРОЙСТВА

Барботажные контактные устройства — наиболее старый и наиболее разнообразный тип контактных устройств. Основным элементом их является тарелка. Тарелка, перфорированная тем или иным способом, служит для пропуска пара и приведения его в тесный контакт с жидкой фазой. По способу отвода жидкой фазы с тарелки различают тарелки со сливными устройствами и без них. В тарелках первого типа жидкость, текущая по тарелке, стекает по сливным стаканам, не попадая в те отверстия, в которые поступает пар. В тарелках без сливных устройств жидкость стекает через те же отверстия, в которые поступает пар.

Тарелки со сливными устройствами

Наиболее распространенным видом тарелок этой группы являются колпачковые. Применяемые в спиртовой промышленности колпачковые тарелки делятся на одноколпачковые, двойного кипячения и многоколпачковые.

В других отраслях промышленности применяются также тарелки с туннельными колпачками.

На рис. III—1 показана одноколпачковая тарелка одинарного кипячения, устанавливаемая в брагоперегонных аппаратах малой производительности. Пар, поступающий на эту тарелку через горловину под колпак, вырывается через края колпака в жидкость, текущую по кольцевому проходу между горловиной и стенкой колонны.

Таким образом пар барботирует жидкость односторонне. Поэтому хороший контакт между паром и жидкостью достигается лишь при малых размерах аппарата. Чем больше диаметр колонны и ее производительность, тем больше должно быть расстояние между стенкой колонны и краем колпака и тем хуже условия контактирования. Поэтому при увеличении диаметра колонны устраивают тарелки, получившие название тарелок двойного кипячения (рис. III—2).

Тарелка двойного кипячения имеет воротник, прикрепленный к корпусу колонны. Он создает вторую линию барботажа, что увеличивает периметр барботажа. Пар пронизывает жидкость, текущую по кольцу между воротником и колпаком, с двух сторон. Это улучшает межфазный контакт и увеличивает эффективность тарелки.

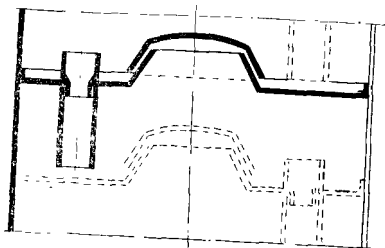


Рис. III-1. Одноколпачковая тарелка.

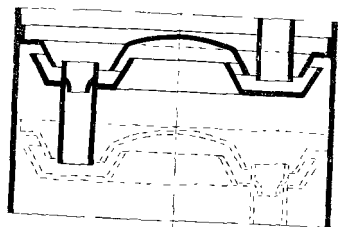


Рис. III-2. Тарелка двойного кипячения.

Тарелки одинарного и двойного кипячения устанавливаются в брагоперегонных аппаратах как в истощающей (бражной), так и в укрепляющей (спиртовой) части. Они пригодны как для работы с чистыми жидкостями, так и с бражками, содержащими взвешенные твердые частицы.

Многоколпачковые тарелки (рис. III—3) пригодны только для работы с чистыми жидкостями. Периметр барботажа в этих тарелках велик, что обеспечивает хороший межфазный контакт. Однако при использовании этих тарелок возникают трудности в отношении организации потока жидкости на тарелках. Жидкость выбирает направление движения по линии наименьшего сопротивления, и часть колпачков может оказаться в стороне от потока.

На рис. III—3 и III—4 показаны два метода организации слива в колоннах большого диаметра. На рис. III—3 показан радиальный слив. В этом случае жидкость попеременно сли-

вается или через центральную сливную трубу большего диаметра, или через ряд труб малого диаметра, расположенных по краю тарелки. Такое размещение труб обеспечивает равномерное омывание колпачков жидкостью, текущей по тарелке.

Более целесообразно и просто устройство, показанное на рис. III—4. В этом случае установлены сливные перегородки, направляющие жидкость на тарелках таким образом, что все колпачки оказываются в одинаковых условиях.

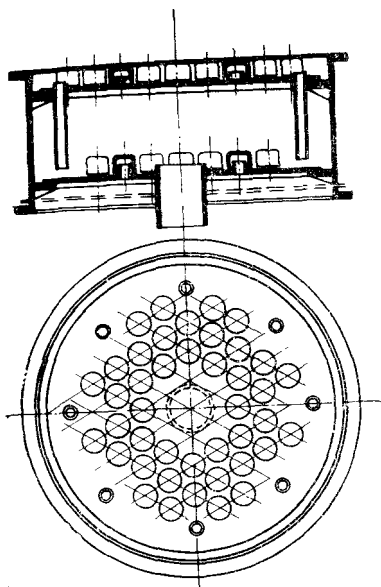


Рис. III-3. Многоколпачковая тарелка с радиальным сливом.

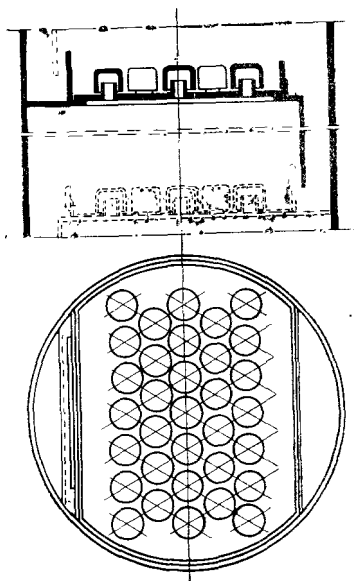


Рис. III-4. Многоколпачковая тарелка со сливными перегородками.

Такое устройство слива в многоколпачковых тарелках большого диаметра наиболее часто применяется во вновь строящихся колоннах. Следует отметить, что пена, образующаяся при барботаже, частично разрушается в отгороженном перегородкой сегменте, и на нижележащую тарелку стекает светлая (свободная от пены) жидкость.

Еще более упорядочено движение жидкости на туннельных тарелках (рис. III—5). В этих тарелках колпачки перекрывают прямоугольные горловины, вытянутые по направлению стока жидкости. Жидкость течет в щелях между краями двух колпачков и хорошо обрабатывается барботирующим паром. Большим недостатком таких тарелок, однако, является неравномерность барботажа по длине колпачка, обуславливаемая изме-

няющимся уровнем жидкости по направлению ее течения. Падение уровня связано с наличием гидравлического уклона на горизонтальной тарелке.

В многоколпачковых тарелках большего диаметра гидравлический уклон также создает неравномерность барботажа. Для устранения этого нежелательного явления был предложен ряд конструктивных решений. Одно из таких решений дано Бобриком и Савицким, предложившими устанавливать в многоколпачковых тарелках в последовательных по течению жидкости рядах горловины различной высоты. При этом глубина барботажа должна была оставаться постоянной для всех колпачков. Однако такого рода устройство усложняет изготовление тарелок

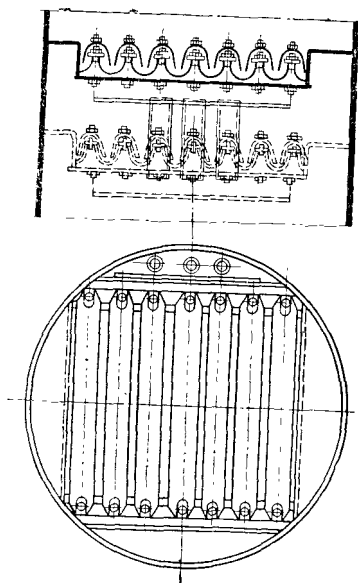


Рис. III-5. Тарелки с туннельными колпачками.

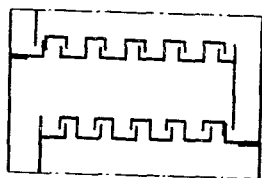


Рис. III-6. Тарелка с одинаковым направлением движения пара и жидкости.

и поэтому не получило применения. Оригинально решается та же задача в тарелках типа унифлюкс (рис. III—6). В этой тарелке пар проходит из прорезей колпачка только в одном направлении, совпадающем с направлением движения жидкости. Вследствие этого уменьшается разность уровней жидкости на тарелке, барботажа становится более равномерным при одновременном снижении сопротивления тарелки прохождению пара.

Тарелка собирается из стандартных Г-образных элементов, обладающих большой жесткостью. Вследствие этого при установке колпачков в колоннах диаметром до 3 м не требуется промежуточных опор.

Большое достоинство всех типов колпачковых тарелок состоит в том, что при внезапной вынужденной остановке колонны и перерыве в подаче пара жидкость остается на тарелках и ценный продукт, содержащийся в ней, не теряется.

Другим достоинством этих тарелок является широкий диапазон нагрузок по пару и жидкости, при котором тарелки работают с достаточной интенсивностью.

Вторым типом тарелок, получившим широкое применение в спиртовой и многих других отраслях промышленности, являются ситчатые тарелки (рис. III—7) со сливными стаканами.

Ситчатая тарелка этого типа при надлежащих размерах отверстий пригодна не только для работы с чистыми жидкостями, но может быть использована и для работы в бражных колоннах, где бражка содержит значительное количество механических взвесей. Как и в случае многоколпачковых тарелок, наи-

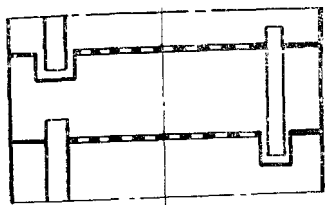


Рис. III-7. Ситчатая тарелка.

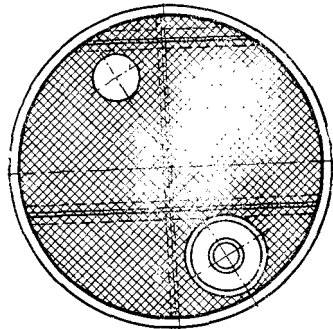
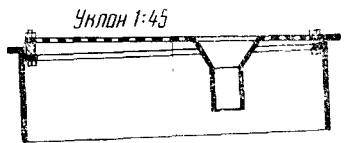


Рис. III-8. Наклонная ситчатая тарелка.

более целесообразным способом организации слива является установка сливных перегородок. Однако особенность этих тарелок заключается в том, что жидкость на них удерживается от сливания через отверстия давлением пара. Все же при некоторых условиях часть жидкости сливается через отверстия на тарелках [1]. Это привело, как мы увидим далее, к созданию так называемых «провальных тарелок».

Как и в многоколпачковых тарелках, в ситчатых тарелках больших диаметров наблюдается неравномерность барботаж вследствие наличия гидравлического уклона текущей жидкости. Для борьбы с этим нежелательным явлением были предложены наклонные ситчатые тарелки. Такая тарелка была предложена в сульфитно-спиртовой промышленности В. С. Звонаревым и А. Г. Кюнеманом (рис. III—8). Тарелка имеет уклон i от $\frac{1}{44}$ до $\frac{1}{50}$ и площадь живого сечения $13,6 \div 16,7\%$. Тарелка снабжена сливным стаканом оригинального устройства, изображенным на рис. III—8. Стакан не имеет выступающей над тарелкой части, а гидравлический затвор в нем создается снижением сечения при переходе от конической части к цилиндрической.

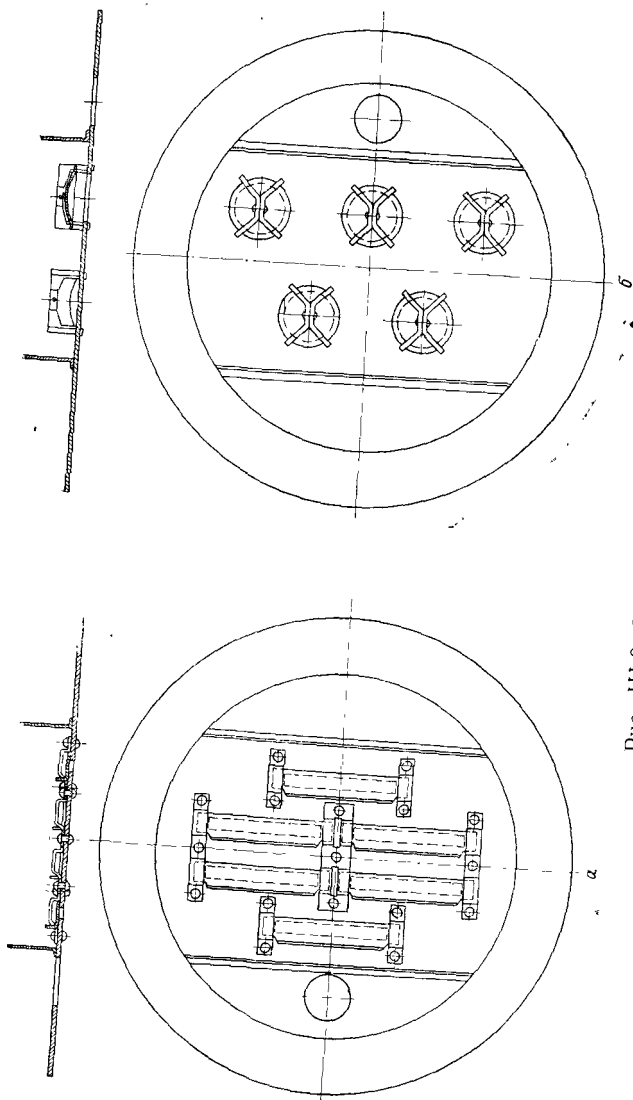


Рис. III-9. Клапанные тарелки:
 а — с пластинчатыми клапанами, б — с круглыми
 клапанами.

Испытания этой конструкции, проведенные лабораторией ректификации Института гидролизной промышленности, показали ее целесообразность, но применение таких тарелок усложняет конструкцию аппарата.

Существенным недостатком ситчатых тарелок является то, что при внезапной и непредусмотренной остановке и подаче пара вся жидкость с тарелок проваливается через отверстия. Это может привести к потере продукта.

Одним из новых типов тарелок со сливными устройствами являются клапанные [2]. Они занимают промежуточное положение между колпачковыми и ситчатыми. В этих тарелках отверстия перекрываются клапанами, которые, поднимаясь под давлением пара, открывают щель большего или меньшего размера, в зависимости от потока пара (рис. III—9, III—10).

Высота подъема клапана ограничена соответствующим устройством. Ограничители устанавливаются над тарелкой либо под ней.

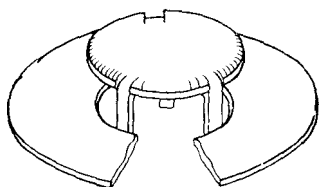


Рис. III-10. Клапан с нижним ограничителем подъема.

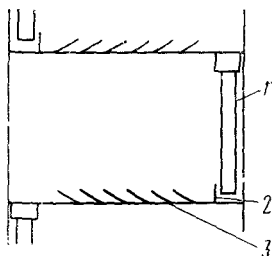
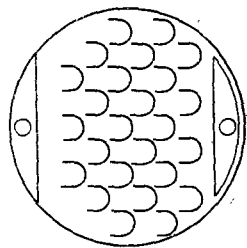


Рис. III-11. Чешуйчатая тарелка:

1—сливной стакан, 2—сливная перегородка, 3—чешуйки (*a*—арочные, *б*—с трехсторонним прорезом).

На рис. III—9 показаны два типа клапанов с верхним ограничительным устройством: с пластинчатыми клапанами и с круглыми клапанами.

На рис. III—10 показан клапан с ограничителями подъема, опущенными под тарелку.

Клапанные тарелки просты по устройству и в случае плоских клапанов обеспечивают удержание жидкости на тарелке при остановке в подаче пара. Они обладают свойством саморегулирования при изменении в подаче пара. Унос в них меньше,

чем в колпачковых тарелках с тем же живым сечением. В настоящее время строят промышленные колонны с клапанными тарелками диаметром до 2 м.

Еще более просты по устройству чешуйчатые тарелки (рис. III—11). В этих тарелках барботирующий пар при выходе из отверстий, перекрытых чешуйками, направлен в сторону по движению жидкости на тарелке. Это способствует выравниванию уровня жидкости на тарелке и равномерности барботажа.

Тарелки выполняются при помощи штамповки.

Чешуйчатые тарелки получили применение в больших колоннах, работающих в нефтехимической промышленности.

Тарелки без сливных устройств

Исследования работы ситчатых тарелок, проведенные автором в 1934 г. [3], показали, что несмотря на наличие сливных стаканов и вопреки прежним представлениям, слив во время

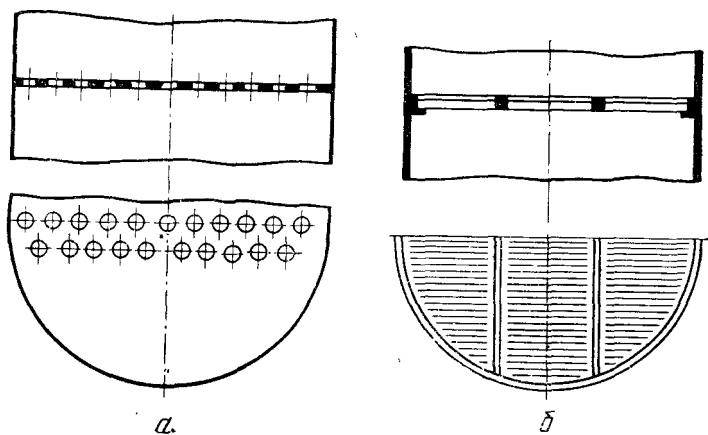


Рис. III-12. Провальные тарелки:
а — ситчатая, б — решетчатая.

работы ситчатых тарелок происходит не только через сливные стаканы, но и через отверстия на тарелках. Эти наблюдения дали автору основания высказать мысль о создании ректификационных аппаратов с ситчатыми тарелками, в которых слив происходил бы через те же отверстия, в которые проходит пар.

Аппараты такого типа обладают тем существенным преимуществом, что на их тарелках нет гидравлического уклона, а следовательно, происходит равномерный по всей тарелке барботаж. Диаметр тарелки может быть значительно увеличен без нарушения равномерности ее работы.

Следует отметить еще одно преимущество тарелок этого типа: вся площадь их является рабочей, тогда как у тарелок со сливными устройствами значительная часть площади тарелки занята сливом.

Тарелки без сливных устройств получили название провальных, так как в них жидкость «проваливается» через те же отверстия, в которые поступает пар.

Провальные перфорированные тарелки двух типов показаны на рис. III—12: с круглыми отверстиями (а) и с щелевидными отверстиями (б). Ширина щелей берется равной 3—4 мм. Исследования, проведенные кафедрой процессов и аппаратов Киевского технологического института пищевой промышленности [4], показали, что при работе на зерно-картофельных и смешанных бражках (при молотом сырье) отверстия должны быть шириной 4 мм, а живое сечение может быть равным 15—21% при расстоянии между тарелками 300 мм. При этом скорость в свободном сечении может быть взята до 1,5 м/сек. Тарелки малых колонн изготавливаются из металла толщиной 3—4 мм. При большом диаметре тарелка собирается из отдельных листов, закрепляемых на каркасе.

Провальные тарелки были исследованы также при работе на мелассных бражках [5]. Была показана возможность установки их в бражных колоннах и найдено, что ширина щелей должна быть принята 3 мм, а толщина тарелки 3÷5 мм. При этих условиях гидравлическое сопротивление провальных тарелок примерно в 2 раза меньше сопротивления колпачковых тарелок.

Показано также, что при установке провальных тарелок значительно уменьшается (по сравнению с колпачковыми) масса колонн и их стоимость.

Кроме перфорированных провальных тарелок, применяются также провальные тарелки, щели которых образуются укладкой круглых прутков, труб, полос металла прямоугольного или уголкового профиля. Такие тарелки выполняются диаметром до 5000 мм. Они получили применение в промышленности синтетического каучука и синтетического спирта.

Разновидностью провальных тарелок являются волнистые.

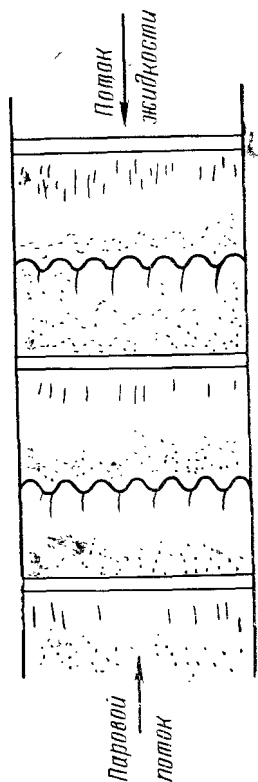


Рис. III-13. Волнистые тарелки.

или желобчатые, тарелки (рис. 11—13). В этих тарелках [6, 7] слив происходит преимущественно во впадинах волн, тогда как пар проходит в поднятой части волнообразного профиля. Волны соседних тарелок располагаются под углом 90° одна к другой. Разновидностью волнистых тарелок являются желобчатые тарелки, поверхность которых образуют желоба синусоидального профиля.

Волнистые и желобчатые тарелки обладают значительной жесткостью и поэтому могут быть изготовлены из тонкого материала. Тонкие листы материала перфорируются в плоском виде, после чего изгибаются. Для колонн большого диаметра тарелки выполняются из ряда секций, соединенных болтами.

Волнистые и желобчатые тарелки изготавливают с живым сечением 15—30%. Диаметр отверстий принимают равным для чистых жидкостей 3 мм. Высота волны 20—30 мм. Волнистые тарелки могли бы быть применены для ректификационных и эспирационных колонн спиртовой промышленности [8, 9].

§ 3. ИНЖЕКЦИОННЫЕ КОНТАКТНЫЕ УСТРОЙСТВА

Пропускная способность барботажных тарелок лимитируется уносом жидкой фазы, увлекаемой паром. Показано, что предельное значение скорости пара в межтарелочном пространстве барботажных тарелок не может превысить 2—2,5 м/сек. При этом расстояние между тарелками должно быть принято 0,5—0,6 м. При обычных расстояниях между тарелками (300 мм) скорость пара в межтарелочном пространстве не превышает 1 м/сек.

Современные крупные производства требуют установки высокопроизводительных аппаратов с малыми габаритами. Одним из направлений в решении этой задачи является создание аппаратов с инжекционными контактными устройствами, в которых скорость пара значительно превосходит скорость пара в аппаратах с барботажными устройствами.

Принцип действия инжекционных контактных устройств заключается в том, что текущая с большой скоростью (15—25 м/сек) струя пара увлекает жидкость, образуя двухфазную систему. При течении этой системы происходит межфазный контакт и массообмен. Далее система разделяется или в сепараторах за счет расширения потока, или вследствие удара о специальные отбойники и стенки аппарата. Разделенные жидкость и пар направляются на следующие контактные ступени. Таким образом, в этих аппаратах в момент контакта пар и жидкость движутся в одном направлении, а после сепарации — в противоположных.

Впервые аппарат с инжекционными к. у. производственного масштаба был создан группой инженеров во главе с Ф. К. Крю-

ченко [10] и внедрен в промышленность синтетического каучука в СССР. Принципиальная схема этого аппарата показана на рис. III—14. На схеме изображены три секции аппарата, каждая из которых соответствует одной тарелке тарелочного аппарата. Секция состоит из контактно-инжекционного устройства (сопла) 1 и сепаратора 2. В контактно-инжекционном устройстве происходит контакт флегмы и пара. При большой скорости

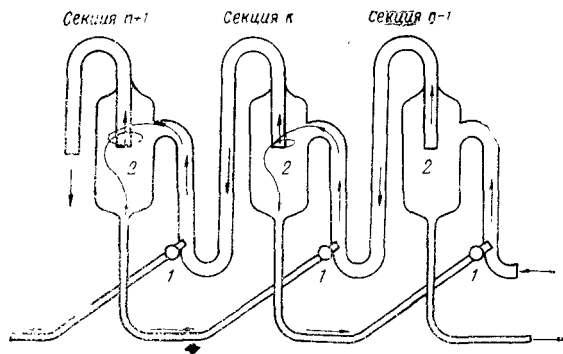


Рис. III-14. Принципиальная схема инжекционного аппарата Крюченко.

пара (20—25 м/сек) он образует с флегмой парожидкостную смесь, которая при значительной скорости входит в сепаратор. Жидкая фаза в сепараторе выделяется и по трубам отводится в следующую секцию. Пар поступает в следующее контактное сопло.

Флегма из сепаратора секции $n+1$ (см. рис. III—14) поступает в контактное устройство секции n ; пар в это контактное устройство поступает из секции $n-1$. Таким образом, хотя пар инжектирует жидкость при параллельном движении, в целом в аппарате Крюченко осуществляется противоток. Скорости пара в этом аппарате очень велики. В распределителе контактного устройства они достигают 35—40 м/сек, в контактной трубе 15—20 м/сек. Как показывает опыт эксплуатации аппаратов в промышленности синтетического каучука, при укреплении спирта 20 секций дают такой же эффект укрепления, как 40—50 колпачковых тарелок. Отмечается также некоторое уменьшение расхода пара по сравнению с колпачковыми тарелками, по-видимому, вследствие уменьшения флегмового числа.

Аппарат этой системы располагается в одном этаже. Он отличается высокой производительностью. Недостаток его — большое количество труб, запорной арматуры и соединений.

Аппарат Крюченко был использован в спиртовом производстве для истощения бражки и получения спирта-сырца. Опыты

дали положительные результаты и показали пригодность аппарата для указанных целей. Однако съем продукта с единицы объема в аппаратах этого типа невелик.

На основании испытаний работники гидролизной промышленности разработали проект вертикального ректификационного аппарата с инжекционным устройством (рис. III—15). В этом

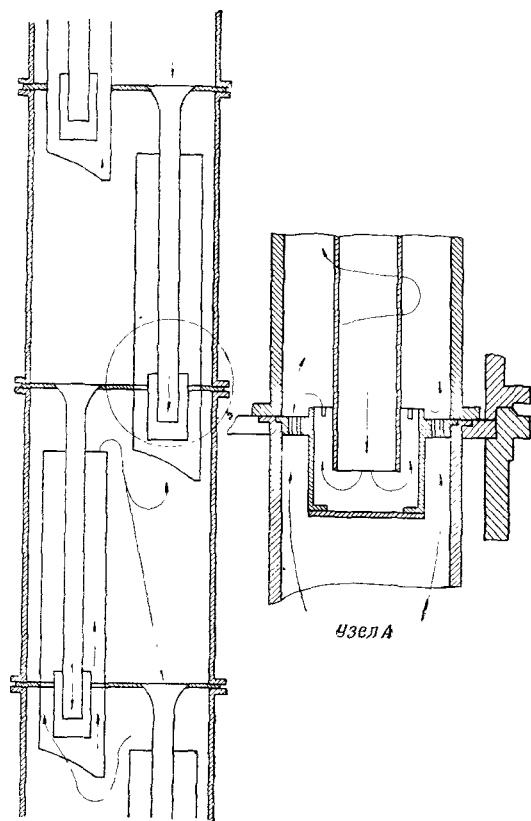


Рис. III-15. Инжекционный ректификационный аппарат с вертикальной колонной.

аппарате инжектируемый пар, вырываясь через сопла, увлекает флегму в контактную трубу, где парожидкостная смесь, двигаясь по трубе малого сечения, имеет весьма большую скорость. Смесь поступает далее в сепаратор, в качестве которого служит весь объем, заключенный между двумя смежными глухими тарелками. Отделившаяся жидкость поступает в сливную трубу и из нее — в контактное устройство нижележащей тарелки.

Такое устройство позволяет использовать царги тарелочных колонн для переделки этих колонн в инъекционные [10]. Аналогичные инъекционные колонны предложены Ю. В. Поплавским [11]. Во Франции колонны, основанные на том же принципе, получили наименование колонн ударного распыления.

В этом аппарате, так же как и в аппарате Крюченко и ВНИИГСа, поток пара и жидкости в месте контакта параллелен и происходит инжектирование жидкости паром с последующим сепарированием жидкости. Устройство колонны этого типа показано на рис. III—16. Более детально принцип действия колонны продемонстрирован на рис. III—17.

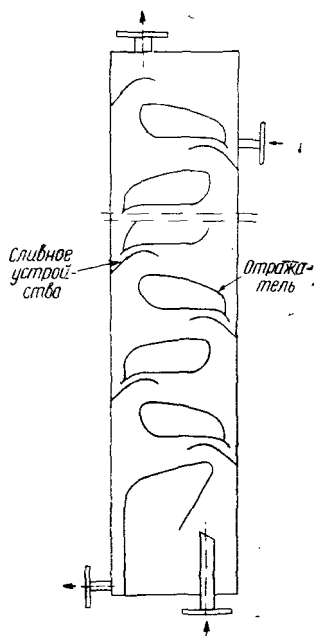


Рис. III-16. Колонна ударного распыления.

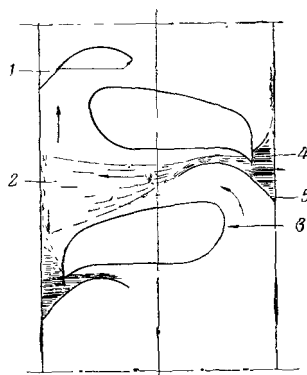


Рис. III-17. Контактное устройство колонны ударного распыления:

1 — порог водослива, 2 — контактная камера, 3 — отражатель (дефлектор), 4 — гидравлический затвор, 5 — сливное устройство.

Как это видно из рис. III—17, колонна состоит из ряда дефлекторов и сливных устройств. Последние расположены попеременно на противоположных сторонах колонны, образуя карманы, в которых скапливается жидкость. Дефлекторы — тела своеобразной формы, одним концом погруженные в жидкость, заполняющую карманы.

Пар, поднимающийся в колонне, проходит в суженном проходе между дефлекторами, увлекает жидкость, инжектируя ее из карманов. При последующем движении парожидкостная смесь ударяется о стенку корпуса колонны и обтекает дефлек-

тор. При этом происходит выделение жидкой фазы, поступающей в карман. Затем процесс повторяется. Скорость пара в колоннах ударного распыления, по-видимому, составляет около 10 м/сек, считая на свободное сечение колонны, что позволяет при одинаковой производительности с тарелочными колоннами уменьшить их диаметр в 1,5—2 раза.

Число дефлекторов соответствует числу тарелок в тарелочных колоннах. Сообщают, что в аппаратах этого типа не наблюдается вспенивания.

Этот аппарат был испытан в производственном масштабе на работе с водно-спиртовым раствором. Установлено, что коэффициент полезного действия одной контактной пары низок, что объясняется малым временем контакта между паром и жидкостью.

Следующим этапом в развитии аппаратов с инжекционными к.у. являются так называемые вихревые, или поточные, аппараты, в которых пар с большой скоростью движется по спиральному ходу вверх. При движении пар увлекает жидкость, поступающую из вышележащего витка на нижележащий. Эта жидкость выделяется из пара при ударе о стенки-сепараторы и перетекает к центру нижележащего витка. Движущей силой при этом является сила тяжести и избыток давления на периферийной части парового потока, создаваемый центробежной силой.

Такие вихревые (поточные) аппараты показывают высокую производительность по продукту на единицу объема, значительно превосходящую производительность колпачковых тарелок.

Аппараты с инжекционными к.у. пока еще не получили широкого распространения, но несомненно являются перспективными.

§ 4. ПЛЕНОЧНЫЕ КОНТАКТНЫЕ УСТРОЙСТВА

Этот тип к.у. не получил распространения в спиртовой промышленности, однако, как показали исследования кафедры процессов и аппаратов КТИППа [12], имеются все основания для использования к.у. этого типа как для перегонки, так и для ректификации.

Колонны с пленочными к.у. характеризуются полной непрерывностью процесса контактирования пара и жидкости в противоположность тарелочным аппаратам, где процесс контактирования ступенчатый.

Эти колонны делятся на ряд групп: насадочные, трубчатые, каскадные. При всем различии устройства объединяет их то, что жидкость в них стекает в форме пленки, на поверхности которой происходит контакт ее с паром. Следует, однако, оговориться, что при известных условиях пленочные контактные уст-

ройства работают как барботажные. Более подробно об этом будет сказано в следующей главе.

Насадочные колонны представляют собой цилиндр, наполненный насадкой — телами с развитой поверхностью. Жидкая фаза, стекая по поверхности этих тел, образует поверхность контакта с поднимающимся в колонне паром.

Насадки весьма разнообразны. На рис. III—18 представлены различные виды насадок.

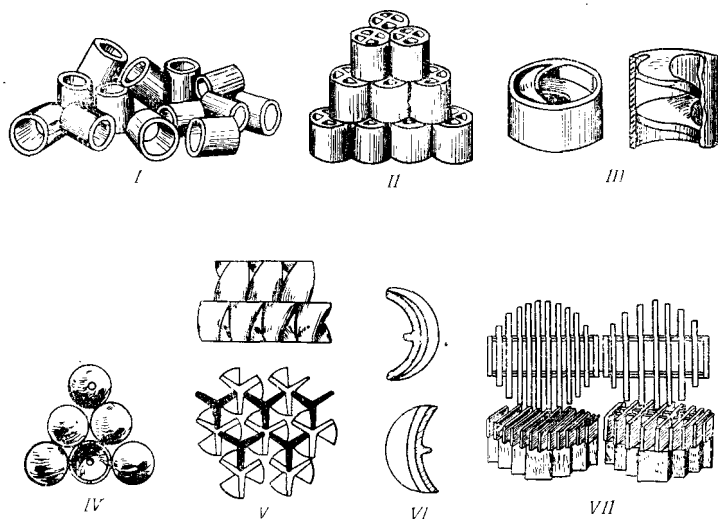


Рис. III-18. Типы насадок:

I — кольца Рашига, *II* — кольца с перегородками, *III* — спиральные кольца, *IV* — шары, *V* — пропеллерная насадка, *VI* — седлообразная насадка, *VII* — хордовая насадка.

Для работы с засоренными жидкостями, например с зерно-картофельной бражкой, наиболее пригодна хордовая (речная) насадка (рис. III—19).

Опыты с колоннами, снабженными речными насадками, а также практика заводов США показывают, что эти колонны пригодны для работы как с мелассными, так и с зерно-картофельными бражками.

Опыты с насадочными лабораторными колоннами с кольцевой насадкой [12] показали, что колонны этого типа могут быть использованы как в качестве эспурационных, так и ректификационных.

Сопоставление спроектированных насадочных брагоректификационных аппаратов с тарельчатыми показывает, что насадочные аппараты дают возможность уменьшить расход цветных

металлов за счет замены их черными металлами с покрытием эмалью.

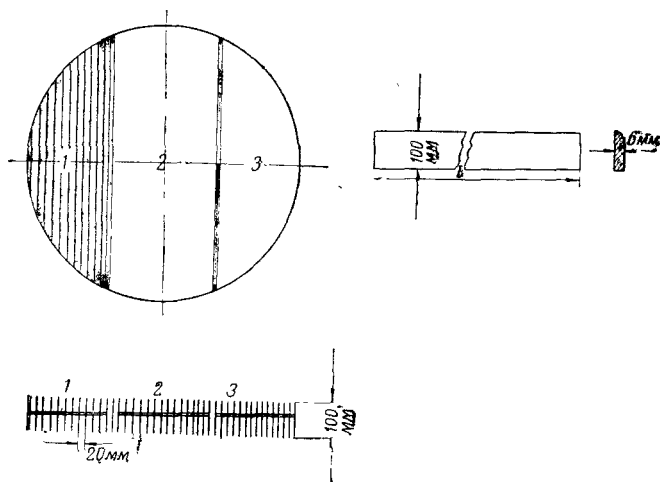


Рис. III-19. Хордовая, или речная, насадка.

Трубчатые колонны просты по устройству, но металлоемки. Они характеризуются малой потерей напора и высокой эффективностью. Принцип устройства этих колонн при работе в режиме укрепления показан на рис. III—20.

Трубчатая колонна состоит из труб, устанавливаемых в вертикальном цилиндрическом кожухе. Верхняя часть труб образует дефлегматор, охлаждаемый водой, поступающей в межтрубное пространство. Образующаяся в трубах флегма стекает по их стенкам вниз. Пар, поступающий из куба, контактирует на поверхности пленки со стекающей жидкостью.

Трубки, устанавливаемые в аппаратах, имеют диаметр 8—20 мм и образуют весьма развитую поверхность контакта, тем более эффективную, чем меньше диаметр труб.

Возможность применения трубчатых колонн в спиртовой промышленности была исследована в лаборатории процессов и аппаратов КТИППа Николаева [13]. Найдено, что трубчатые колонны могут быть использованы в качестве укрепляющей части брагоперегонных аппаратов в альдегидных колоннах и в ректификационных колоннах периодического и непрерывного действия. Следует заметить, что при работе трубчатых колонн в качестве истощающих возникают трудности в отношении равномерного распределения жидкой фазы по трубам аппарата, в связи с чем требуется установка специальных распределительных устройств [14].

А. П. Николаев показал, что для повышения эффективности трубчатых колонн целесообразно вставлять в трубы ленточные спирали, способствующие турбулизации парового потока (рис. III—21). Спирали должны выбираться такого диаметра, чтобы они не препятствовали стоку жидкости в трубах. Разделительная способность труб при этом возрастет в 2—3 раза. Вследствие высокой эффективности аппаратов трубчатого типа,

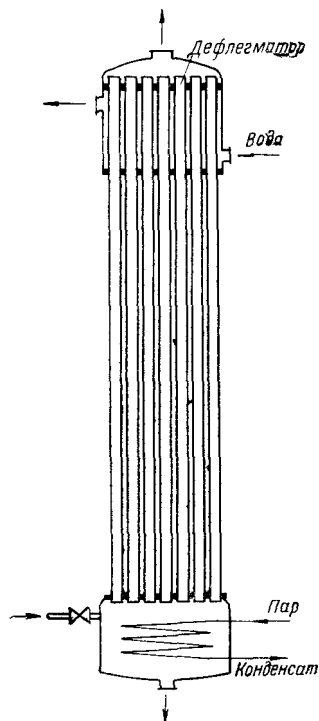


Рис. III-20. Схема трубчатой колонны.

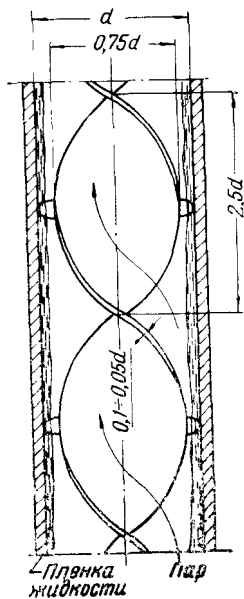


Рис. III-21. Спиральная вставка трубчатой колонны.

несмотря на металлоемкость конструкции, ректификационные аппараты трубчатого типа при одинаковой производительности с колпачковыми имеют меньшую массу.

Так как потеря напора в этих аппаратах минимальна, то аппараты перспективны для применения при вакуумной перегонке.

§ 5. КОНТАКТНЫЕ УСТРОЙСТВА АППАРАТОВ С ВНЕШНИМ ПОДВОДОМ МЕХАНИЧЕСКОЙ ЭНЕРГИИ

Описанные выше аппараты лишены подвижных элементов. Это делает их простыми в устройстве и облегчает эксплуатацию. Однако стремление увеличить разделительную способность ап-

паратов давно уже привело к созданию аппаратов с подвижными к. у., способствующими наилучшему контактированию фаз. Особенно заметно эта тенденция проявилась в последние годы, когда возникла необходимость разделения смесей, компоненты которых имеют весьма близкие температуры кипения.

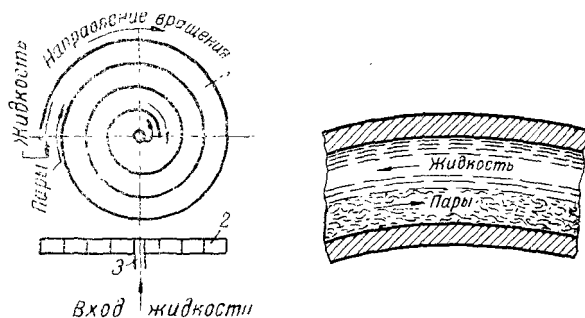


Рис. III-22. Схема работы центробежного ректификатора.

Контактные устройства этого типа можно разделить на две большие группы: 1) использующие центробежную силу и 2) использующие силу тяжести. Первый тип получил наибольшее применение. В центробежных аппаратах жидкость движется, диспергируется и распределяется за счет действия центробежной силы. Пар же, как и в других типах аппаратов, движется за счет избытка давления. При этом жидкость может быть распределена по поверхности в виде пленок или же происходит ее барботаж и распыление.

Мы рассмотрим только некоторые, наиболее распространенные типы контактных устройств, использующих центробежную силу.

На рис. III—22 приведена принципиальная схема ректификационного аппарата с к. у. пленочного типа с горизонтальным валом. Ротор аппарата, вращающийся на горизонтальной оси, представляет собой ленту, свернутую в спираль. Жидкость вводится в центр спирали, центробежной силой отбрасывается к стенке и течет по ней от центра к периферии. Пар течет в обратном направлении, как это показано на схеме. На рис. III—23 показан общий вид аппарата. Исследование аппарата проведено ВЭИ [15]. Аппарат аналогичного типа был исследован также Т. Т. Филиппосьянцем [16], Н. И. Гельпериным и В. П. Пебалком [17]. Ими же исследована другая модификация аппарата с горизонтальным валом-ротором, образованным рядом соосных цилиндров. Скорость пара в аппаратах этого типа дости-

гает значительной величины — до 30 м/сек. Зазоры между витками 3—5 мм.

Аппараты рассматриваемого типа сложны по устройству и не могут быть использованы для перегонки засоренных жидкостей.

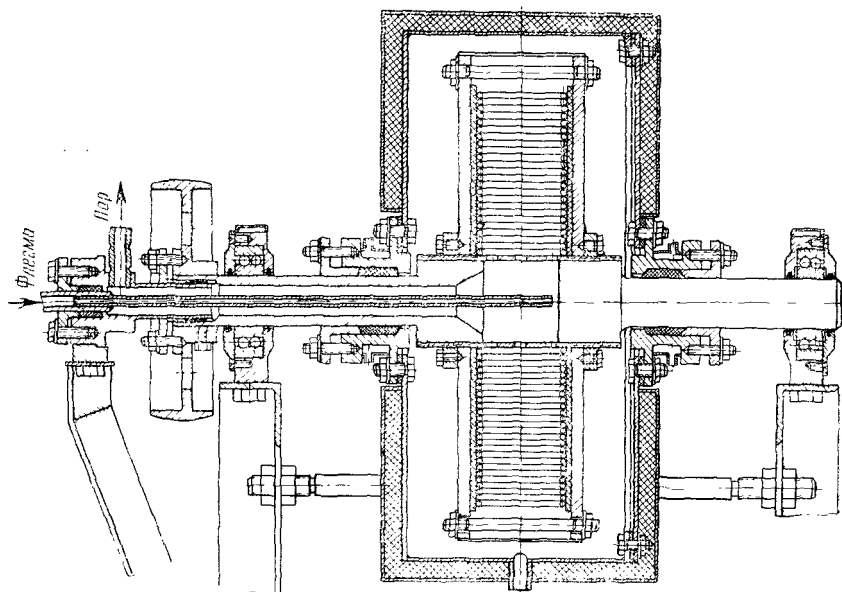


Рис. III-23. Общий вид ротационного пленочного аппарата с горизонтальной осью.

На рис. III—24 и III—25 приведены две схемы ротационных аппаратов с к. у. барботажного типа. На рис. III—24 изображен аппарат этого типа, предложенный В. С. Николаевым [18]. Он состоит из неподвижных и вращающихся тарелок, между которыми образуются кольцевые каналы. Жидкость поступает в центральное отверстие каждого конуса и последовательно проходит через все кольцевые каналы. Пар движется навстречу жидкости, контактируя с ней. Эффективность аппарата высока. Найдено, что одна пара тарелок (подвижная и неподвижная) эквивалентна 6—8 колпачковым тарелкам. Это значительно уменьшает высоту аппарата. Однако производительность аппарата невелика. Кроме того, аппарат может работать только на чистых жидкостях.

На рис. III—25 показана схема ректификационного аппарата с вертикальным валом, с к. у. распылительного типа, предложенного И. М. Аношиным [19]. На основании анализа про-

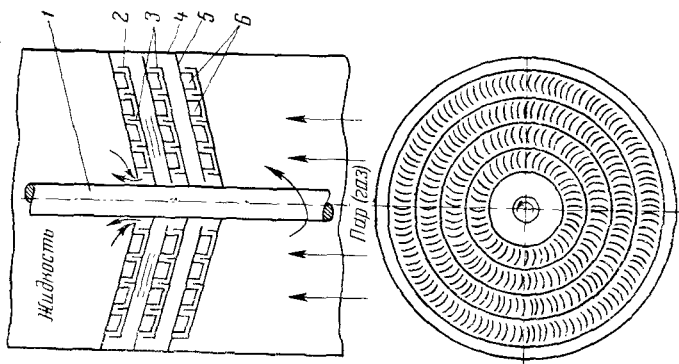


Рис. III-25. Схема ротационного аппарата И. М. Аношина.

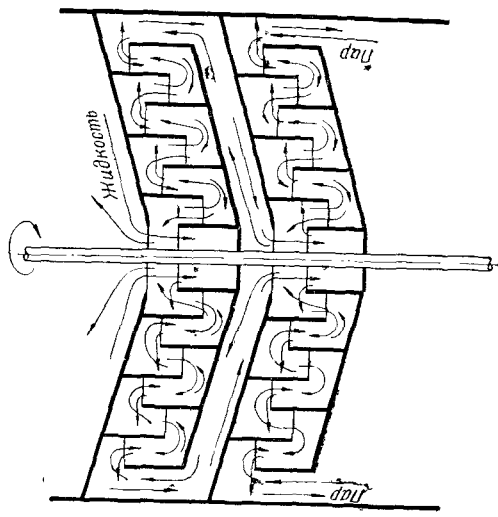


Рис. III-24. Роторный аппарат конструкции В. С. Николаева.

цесса массопередачи при ударе капли о стенку И. М. Аношин пришел к заключению, что максимальный эффект получается при касательном ударе жидкости о стенку. В соответствии с этим им создан показанный на рис. III—25 аппарат, состоящий из нескольких пар конусов. В каждой паре один конус подвижный, а другой неподвижен и укреплен на кожухе. Подвижные конусы несут разбрызгивающие кольца. Неподвижные конусы несут на своей нижней поверхности лопасти, ориентированные в радиальном направлении и обеспечивающие касательное направление ударов капель. Аппарат обеспечивает высокую эффективность.

Оценивая различные типы контактных устройств ректификационных аппаратов с внешним подводом энергии, следует отметить, что при высокой разделительной способности аппаратов производительность большинства из них невысока, поэтому они более пригодны для тонкого разделения сравнительно небольших количеств смесей, компоненты которых имеют близкие температуры кипения. Однако в настоящее время продолжается интенсивная работа по исследованию и конструированию аппаратов ротационного типа, задачей которой является создание высокопроизводительного и высокоэффективного ротационного аппарата, который мог бы быть применен при брагоректификации.

§ 6. ВЫБОР ТИПА КОНТАКТНЫХ УСТРОЙСТВ

Рациональный [20, 21, 22] выбор типа контактных устройств для конкретного случая перегонки сопряжен с большими трудностями. При выборе следует руководствоваться следующими исходными данными:

- 1) характером кривой равновесия фаз;
- 2) физическими характеристиками разделяемой системы;
- 3) производительностью проектируемой установки;
- 4) уровнем энергозатрат и стоимостью энергии (тепловой, механической);
- 5) требуемой степени чистоты целевых продуктов и их количеством;
- 6) стоимостью изготовления и монтажа установок с теми или другими контактными узлами.

Учесть все эти многообразные факторы и определить их количественно очень трудно, и такая работа пока еще не проведена. Однако некоторые попытки в этом направлении сделаны [22, 23]. До настоящего времени при проектировании ректификационных установок в спиртовой промышленности ориентируются на опыт промышленности и ограничиваются немногими типами тарелочных конструкций. Сюда относятся: одноколпачковые тарелки, тарелки двойного кипячения, многоколпачковые тарелки и ситчатые тарелки со сливными устройствами.

Некоторые данные об эффективности применения различных типов к. у. при перегонке бражки

Тип колонн и их к. у.	Назначение в производстве	Результаты исследований	Литературный источник
Колпачковые, двойного кипячения, расстояние между тарелками $H=300$ мм	Бражные	К. п. д. тарелок 0,6; съём спирта (абсолютного) $77 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$; нагрузка по бражке $8000 \text{ кг}/(\text{м}^2 \times \text{ч})$; скорость пара в свободном сечении колонны $0,7-0,8 \text{ м}/\text{сек}$	—
Ситчатые провальные, по данным исследований в полузаводском масштабе, живое сечение 21%, $H=300$ мм	Перегонка зерно-картофельных и смешанных бражек	К. п. д. 0,6; съём спирта $120 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$; нагрузка по бражке $24000 \text{ кг}/(\text{м}^2 \times \text{ч})$; скорость пара $1,5 \text{ м}/\text{сек}$	[4]
То же, живое сечение 18%, $H=600$ мм		К. п. д. 0,85; съём спирта $300 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$; нагрузка по бражке $28000 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$; скорость пара $1,8 \text{ м}/\text{ч}$; гидравлическое сопротивление в 2 раза меньше, чем у колпачковых тарелок	[4]
То же, живое сечение 20% (по опытам на полузаводской установке)	Перегонка мелассной бражки	К. п. д. 0,86; скорость пара в свободном сечении $1,5 \text{ м}/\text{сек}$; нагрузка по бражке $20000 \text{ кг}/(\text{м}^2 \times \text{ч})$	—
Насадочная колонна с речной насадкой с подслоем кольцевой насадки при работе в режиме эмульгирования	Перегонка мелассной бражки	Съём спирта $130 \text{ кг}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$ (на объём насадки)	[12]
Колонна с ситчатыми провальными тарелками, живое сечение 12,5% (работа в полузаводском масштабе)	Перегонка мелассной бражки под вакуумом 710 мм рт. ст.	К. п. д. 0,69; скорость пара в свободном сечении между тарелками $3,8-4,2 \text{ м}/\text{сек}$; потеря напора $15-20$ мм вод. ст. на 1 тарелку	—

Спиртовая промышленность имеет очень малый опыт эксплуатации провальных тарелок.

Было бы неправильно применять в спиртовой промышленности те или иные конструкции новых контактных устройств только потому, что они нашли признание в других отраслях промышленности. Специфические требования к продуктам ректификации и условия работы спиртовых заводов требуют большой осмотрительности при решении этого вопроса. Однако мы считаем целесообразным провести в заводских условиях испы-

тания некоторых конструкций, зарекомендовавших себя положительно в других отраслях народного хозяйства.

Одним из показателей работы ректификационных аппаратов является съем готового продукта с 1 м³ емкости аппарата (в м³/сек · м³). В литературе [24] приводятся некоторые данные об этом показателе для ряда конструкций (см. ниже).

Колпачковая тарелка	1,3
Клапанная тарелка	1,95—2,45
Ситчатая тарелка	1,73
Решетчатая, провальная тарелка	3,34
Насадка кольцевая при работе в пленочном режиме	1,95
Насадка плоскопараллельная	6,95

Из рассмотрения этих данных следует, что ситчатые и колпачковые тарелки далеко не лучшие по этому показателю. Это заставляет нас настойчиво рекомендовать исследование новых типов контактных устройств. Результаты проведенных до настоящего времени в КТИППе исследований перегонки бражки приведены в табл. III—1.

Анализируя данные табл. III—1, можно заключить, что аппараты с провальными тарелками, как и аппараты с насадкой при работе в режиме эмульгирования (см. гл. IV), отличаются высокой производительностью и являются перспективными. При этом, однако, следует учитывать, что опыты с этими типа-

Таблица III-2

Результаты исследования некоторых типов контактных устройств

Тип колонн и их к. у.	Назначение в производстве	Результаты исследования	Литературный источник
Тарельчатая, многоколпачковая, производственного масштаба То же	Ректификация	Удельный съем спирта 6,3 дал/(м ³ · ч)	[12]
	Эпюрация	Удельный съем спирта 19,45 дал/(м ³ · ч)	
Насадочные колонны с кольцевой насадкой в лабораторных условиях, в режиме эмульгирования	Ректификация и эпюрация	Удельный съем спирта 16,6 дал/(м ³ · ч); для эпюрационной колонны 38,9 дал/(м ³ · ч)	[12]
	В условиях эпюрации и ректификации (колонна истощения)	Нагрузка тарелки по жидкой фазе 12 м ³ /(м ² · ч)	[2]
Колонны с клапанными тарелками, с плоскими или дисковыми клапанами в условиях полупроизводственных испытаний	В условиях эпюрации	Показана возможность применения для эпюрации	[13]
Ситчатые волнистые провальные тарелки в условиях полупроизводственных испытаний			

ми аппаратов проведены только в полузаводском масштабе. В табл. III—2 сведены результаты исследований новых типов контактных устройств в отношении применимости их для эюрации и ректификации.

На основании данных табл. III—1 и III—2 можно высказать следующие обоснованные предположения: 1) для бражных колонн могут быть рекомендованы для производственных испытаний провальные тарелки и насадочные колонны с реечной насадкой; 2) для эюрационных и ректификационных колонн — провальные (волнистые) и клапанные различных типов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
2. Малезик И. Ф., Стабников В. Н. Труды КТИППа. Вып. 23, 1960; см. также «Спиртовая промышленность», 1961, № 3.
3. Стабников В. Н. Труды Воронежского химико-технологического института. Т. III—IV, 1939.
4. Стабников В. Н., Штромило М. И. «Спиртовая промышленность», 1961, № 5.
5. Сагропинский О. Е. «Спиртовая промышленность», 1960, № 3; «Ферментная и спиртовая промышленность», 1963, № 5, 7.
6. Стабников В. Н., Николаев А. П., Цыганков П. С., Грабаренко В. Г. Труды КТИППа. Вып. 22, 1960.
7. Дытнерский Ю. И., Александров И. А., Шейнман В. И. и др. «Химическая промышленность», 1964, № 1.
- ✓ 8. Фертман Г. И., Калуняц К. А. Усовершенствованные и новые тарелки брагоректификационных аппаратов. ЦИНТИпищепром, 1960.
9. Фертман Г. И., Калуняц К. А. «Спиртовая промышленность», 1958, № 7.
10. Воробьев С. Н., Андреев К. П., Боборекко Э. А., Зеленцов А. В., Водозаова Л. Х. Труды ВНИИГСа. Вып. V, 1956.
11. Поплавский Ю. В. Тезисы докладов Всесоюзной межвузовской конференции по теории и практике ректификации в химической и пищевой промышленности. Изд. Киевского университета, 1960.
12. Цыганков П. С., Стабников В. Н. Труды КТИППа. Вып. 16, 1956.
13. Николаев А. П. Журнал прикладной химии. Т. XXXI, 1958.
14. Николаев А. П. «Известия вузов. Пищевая технология», 1958, № 4.
15. Фастовский В. Г. Разделение газовых смесей. ОГИЗ, 1947.
16. Филипосьянц Т. Т. «Химическая промышленность», 1953, № 9.
17. Гельперн Н. И., Пebaлк В. П. Журнал прикладной химии. Т. XXV, № 4, 1953.
18. Николаев В. С. Материалы Межвузовской конференции по диффузионным процессам. Казань, 1961.
- ✓ 19. Стабников В. Н. Ректификационные аппараты. Машгиз, 1959.
- ✓ 20. Стабников В. Н. Тезисы докладов межвузовской научной конференции по теории и практике ректификации. Баку, 1966.
21. Ректификационные и абсорбционные колонны с новыми конструкциями тарелок. ВНИИОЭНГ, М., 1966.
- ✓ 22. Александров И. А. Ректификационные и абсорбционные аппараты. Изд-во «Химия», 1965.
23. Дытнерский Ю. И. «Химическая и нефтяная промышленность», 1964, № 3.
24. Кафаров В. В. Основы массопередачи. Изд-во «Высшая школа», 1962.

РАЗДЕЛИТЕЛЬНАЯ СПОСОБНОСТЬ КОНТАКТНЫХ УСТРОЙСТВ И ГИДРОДИНАМИЧЕСКИЕ РЕЖИМЫ ИХ РАБОТЫ

§ 1. РАЗДЕЛИТЕЛЬНАЯ СПОСОБНОСТЬ (ЭФФЕКТИВНОСТЬ) РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

Термин «эффективность» прочно вошел в литературу о перегонке и ректификации и употребляется многими авторами [1, 2, 3, 4, 5]. Однако в литературе нет достаточно четкого определения этого понятия, в связи с чем считаем необходимым внести ясность в этот вопрос и дать определение основных понятий перегонки и особенно — понятия «эффективности».

Основные понятия и определения

Производительность перегонного аппарата определяется:

а) как количество сложной смеси (массовое или объемное), получаемое за единицу времени;

б) как количество основного продукта (массовое или объемное), получаемое за единицу времени. При этом указывается концентрация компонентов в исходной смеси, в продуктах и в отходе. Концентрация выражается в массовых, объемных или молярных процентах. Размерность производительности в технической системе единиц будет: $[кг/ч]$, $[л/ч]$ или же $[дал/сутки]$, [4,5]; в системе СИ — $[кг/ч]$, $[дал/сутки]$. Выражая производительность в декалитрах безводного спирта в час, размерность эту обозначают $[дал\ безводного\ спирта/ч]$.

Интенсивность (напряженность) определяется как производительность, отнесенная к единице площади свободного сечения аппарата [6, 7], к единице его полезного объема или к единице поверхности контакта (для насадочных и пленочных колонн). В соответствии с этим размерность интенсивности в технической системе единиц будет: $[кг/(м^2 \cdot ч)]$, $[кг/(м^3 \cdot ч)]$ или $[л/(м^2 \cdot ч)]$ и $[л/(м^3 \cdot ч)]$, а в системе СИ — $[кг/(м^2 \cdot ч)]$ и $[дал/(м^2 \cdot ч)]$.

Движущая сила. Наиболее общим выражением движущей силы процесса массопередачи [8, 9] является способ, вытекаю-

щий из положений термодинамики. В этом случае движущая сила выражается через разность химических потенциалов. Мемой этой разности служит концентрационный напор, т. е. степень отклонения концентраций от равновесного их значения.

Движущая сила определяется как разность концентраций нижекипящего компонента [н. к.] в паровой или жидкой фазах. Чаще употребляют разность концентрации в паровой фазе $(y_p - y)$, где y — концентрация н. к. в протекающих парах, а y_p — в парах, равновесных с жидкой фазой. Размерность движущей силы $[кг/м^3]$. Движущая сила может быть выражена также как разность парциальных давлений н. к. в протекающих и равновесных парах. В этом случае размерность ее выражают в $[кг/м^2]$ или $[н/м^2]$.

Коэффициент массопередачи K определяется как количество н. к., передаваемого между фазами, отнесенное к единице времени, к единице поверхности контакта или единице рабочего объема и к единице движущей силы. Размерность коэффициента массопередачи следующая: $[кг/(м^2 \cdot ч \cdot \Delta y)]$; $[кг/(м^3 \cdot ч \cdot \Delta y)]$ или $[кг/(м^2 \cdot ч \cdot \Delta p)]$; $[кг/(м^3 \cdot ч \cdot \Delta p)]$.

Эффективность (разделительная способность, укрепляющая или истощающая способность) аппарата характеризует его способность разделять перегоняемую сложную смесь. Определить эффективность можно различными способами.

1. Как отношение концентраций (н. к. сверху и внизу колонны. Для укрепляющей колонны оно будет $\xi = \frac{x_D}{x_M}$, для истощающей — $\xi = \frac{x_M}{x_R}$, где x_D — содержание н. к. в продукте; x_M — в загрузке и x_R — в остатке.

Величины $\frac{x_D}{x_M}$ и $\frac{x_M}{x_R}$ — безразмерные.

Оценка эффективности через ξ наиболее проста, но страдает недостатками, так как коэффициент ξ , определенный для данных условий перегонки, не сопоставим с коэффициентом ξ , полученным в других условиях. Например, мы установили, что для данной колонны, работающей с определенной смесью при определенном флегмовом числе, $\xi = 4$. При работе в других условиях (т. е. для другой смеси или для такой же, но в других пределах концентрации, при другом флегмовом числе) может, однако, оказаться, что ξ будет иметь иное значение. Таким образом, величина ξ имеет локальное значение. Поэтому метод оценки эффективности через ξ не получил распространения. В лабораторной практике величину ξ можно применять при пользования стандартными смесями, при флегмовом числе, равном бесконечности ($v = \infty$). Можно также определить эффек-

тивность не через отношение, а через разность конечных концентраций, достигаемых в аппарате, например, $x_D - x_M$ или $x_M - x_B$.

2. Через число теоретических тарелок (ступеней концентрации) — ч. т. т.

3. Через число единиц переноса (ч. е. п.).

Как тот, так и другой способы имеют своей целью исключить влияние флегмового числа, а также вида кривой равновесия на оценку эффективности, однако, как мы увидим дальше, это не всегда удается.

Теоретическая тарелка и к. п. д.

Наибольшее распространение в настоящий момент имеет метод оценки эффективности перегонных аппаратов при помощи теоретических тарелок (т. т.), именуемых иначе ступенями концентрации.

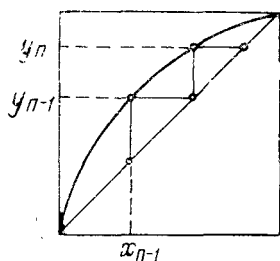


Рис. IV-1. Ступени концентрации.

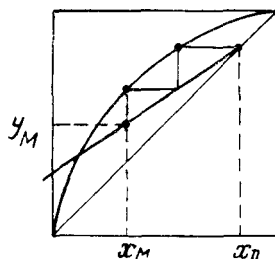


Рис. IV-2. Графическое построение ступеней концентрации.

Под ступенью концентрации понимают такой контакт пара и жидкости, в результате которого состав пара на выходе одинаков с составом равновесного с жидкостью пара на входе (рис. IV-1). Иначе говоря, в результате такого контакта достигается равновесие между неравновесными вначале паром и жидкостью, почему контактная ступень и получила название теоретической, или идеальной, тарелки. Это состояние равновесия соответствует максимальному изменению фаз и является результатом обмена энергией и массой между фазами.

Теоретическая тарелка является некоторым эталоном, с которым сравнивается реальная тарелка.

На рис. IV-2 показано выполненное общеизвестным способом построение в диаграмме $x-y$ ступеней концентрации для разгонки в некоторых определенных условиях, т. е. при заданном флегмовом числе и заданных пределах разгонки (x_M, x_D).

x_R). Из рис. IV—2 ясно, что число ступеней концентрации будет изменяться с изменением флегмового числа (v) и характера кривой равновесия. Если влияние v элиминируется при построении графика, то вид кривой равновесия существенно влияет на положение ступеней концентрации. Поэтому измерение эффективности при помощи числа теоретических тарелок (ч. т. т.) страдает тем же дефектом, что и измерение ее при помощи величины ξ .

Этот метод оценки имеет также условный и локальный характер. Измерение эффективности при помощи числа теоретических тарелок можно сравнить с измерением веса гири, меняющими произвольно свой вес. В этом случае мы не могли бы сравнивать вес тел при взвешивании их в различных условиях. Аналогично, если два аппарата, работающие на различных смесях, имеют эффективность, выраженную одним и тем же ч. т. т., то это еще не говорит об их одинаковой разделительной способности. Так же и при работе с одной и той же смесью, но в областях различной концентрации, одинаковое число ступеней еще не говорит об одинаковой разделительной способности. Таким образом, и число ступеней концентрации не является полноценной единицей эффективности колонны, хотя за неимением других методов им часто пользуются.

К. п. д. аппарата представляет собой отношение числа теоретических тарелок к числу реальных тарелок при одинаковых границах разгонки. Определение его основано на сравнении числа реальных и теоретических тарелок. Если бы число теоретических тарелок находилось вне зависимости от вида кривой равновесия, то такое сравнение давало бы возможность правильно оценить эффективность аппарата, однако вследствие неравноценности теоретических тарелок к. п. д. не может служить достаточно надежным мерилom эффективности, так как значение его имеет локальный характер.

Ч. т. т. и к. п. д. не решают вопроса об неизменяемой единице эффективности. Попытки найти такую единицу неустанно продолжаются и уже привели к другому методу оценки эффективности — при помощи числа единиц переноса (ч. е. п.).

Единицы переноса

1. Скрубберные аппараты. Единицы переноса — понятие, введенное для оценки эффективности аппаратов скрубберного типа с непрерывным противоточным контактом сред [10]. Выведем выражение для числа единиц переноса (ч. е. п.).

Обозначим:

V — количество пара. $m^3/ч$;

L — количество жидкости, $кг/ч$;

y и x — концентрация н.к. соответственно в паре и жидкости, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Индексами н и к обозначим начальное и конечное состояние пара и жидкости (рис. IV-3).

В произвольном сечении колонны I—I движущая сила равна $(y_p - y)$ $\text{кг}/\text{м}^3$.

Для рассматриваемого сечения можно написать:

$$dG = K\tau(y_p - y)dF. \quad (\text{IV-1})$$

Здесь dG — количество вещества (в кг), передаваемое из одной фазы в другую. С другой стороны,

$$K\tau(y_p - y)dF = V\tau dy. \quad (\text{IV-2})$$

Здесь dy — изменение концентраций в сечении I—I. Из уравнения (IV-2) имеем

$$KdF = \frac{Vdy}{y_p - y}. \quad (\text{IV-3})$$

Интегрируем уравнение (IV-3). Пределы интегрирования левой части F и 0, правой — y_k и y_n .

$$K \int_0^F dF = V \int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y_p - y};$$

$$V = FK \frac{1}{\int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y_p - y}}. \quad (\text{IV-4})$$

Обозначаем $\int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y_p - y}$ через m . Величина m носит название числа единиц переноса. Из уравнения (IV-4) вытекает, что

$$m = \int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y_p - y} = \frac{FK}{V}. \quad (\text{IV-5})$$

Из уравнения (IV-5) видно, что m не имеет размерности. Выясним значение m .

Величина m связана с основными параметрами перегонки: видом кривой равновесия, флегмовым числом, пределами перегонки. Являясь безразмерной величиной, m может рассматриваться как критерий эффективности перегонки.

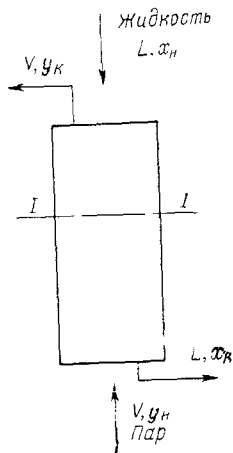


Рис. IV-3. Схема движения масс в скрубберном аппарате.

С другой стороны, из уравнения $m = \frac{FK}{V}$ вытекает, что ч. е. п. — это количество вещества, переданное в аппарате за единицу времени с каждой единицы объема пара на единицу движущей силы.

Наконец, из уравнения

$$m = \int_{y_n}^{y_k} \frac{dy}{y_p - y}$$

вытекает, что

$$m = \frac{y_k - y_n}{\Delta y_{cp}}, \quad (IV-6)$$

т. е. m представляет собой изменение концентраций, достигаемое в колонне и отнесенное к единице движущей силы.

Из этого определения видно, что при употреблении m для измерения эффективности мы элиминируем влияние вида кривой равновесия и флегмового числа.

Вследствие этого m действительно является истинным мериллом эффективности.

Рассмотрим еще одну интерпретацию ч. е. п.:

$$F = \frac{\pi D^2}{4} H \sigma, \quad (IV-7)$$

где D — диаметр колонны, м;

H — высота колонны, м;

σ — удельная поверхность насадки, $\text{м}^2/\text{м}^3$.

Объем газа за час

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \omega,$$

где ω — скорость газа, м/ч.

$$m = \frac{FK}{V} = \frac{\frac{\pi D^2}{4} H \sigma}{\frac{\pi D^2}{4} \omega} \quad K = \frac{H \sigma K}{\omega}. \quad (IV-8)$$

Отсюда

$$\frac{H}{m} = \frac{\omega}{\sigma K} = h \quad \text{и} \quad H = hm,$$

где h — высота колонны, эквивалентная одной единице переноса.

Далее

$$\omega = \frac{G}{\rho f},$$

где G — массовая скорость пара, кг/ч;
 ρ — плотность пара, кг/м³;
 f — площадь сечения колонны, м².

Подставляя значения w в уравнение (IV—8), получим

$$\frac{H\rho K\sigma f}{G} = m. \quad (\text{IV—9})$$

Полагая $K=1$, $\rho=1$, $G=1$, будем иметь

$$Hf\sigma = V_k\sigma = m. \quad (\text{IV—10})$$

Из последнего уравнения можно заключить, что m — поверхность контакта некоторой колонны, которую назовем эталонной. В этой колонне за 1 час передается 1 кг вещества при объемной массе пара 1 кг/м³ и коэффициенте массопередачи

$$K = 1 \frac{\text{кг}}{\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \Delta y}.$$

Эта интерпретация также подтверждает стабильность ч. е. п. как единицы измерения эффективности перегонных аппаратов.

При нахождении числа m для насадочных и пленочных колонн, работающих в пленочном режиме, можно воспользоваться уравнением $m = \frac{FK}{V}$, если K и F известны; если же эти величины неизвестны, то уравнением

$$m = \int_{y_{\text{н}}}^{y_{\text{к}}} \frac{dy}{y_p - y}.$$

Можно также воспользоваться уравнением (IV—6).

Очевидно, уравнения эти не дадут совпадающих значений. Поэтому рекомендуется пользоваться только уравнением

$$m = \int_{y_{\text{н}}}^{y_{\text{к}}} \frac{dy}{y_p - y}.$$

Решается это уравнение графическим путем. Оно показано на рис. IV—4, где изображено решение следующего примера.

Пример 2. Определить число единиц переноса укрепляющей насадочной колонны для водно-спиртовой смеси. Поступающие в колонну пары содержат 30% мол. спирта, а уходящие из колонны — 80% мол.; $v = 3$.

На рис. IV—4, а построена рабочая линия колонны для данных условий перегонки. Этот график служит для определения по точкам величины функции

$\frac{1}{y_p - y}$, где y_p и y — содержание н. к. % мол. Значение этой функции отложено на графике.

Для примера подсчитаем значение функции для точки 1:

$$y_p = 49\%; \quad y = 30\%;$$

отсюда

$$\frac{1}{y_p - y} = \frac{1}{49 - 30} = 0,0528.$$

Эту величину откладывают на графике (рис. IV-4, б) в некотором масштабе. Прodelывая такой же расчет для ряда других точек, получим кривую. Определяя площадь подынтегральной кривой, находим ее равной 20 см^2 (на рисунке масштаб построения уменьшен примерно в 2 раза).

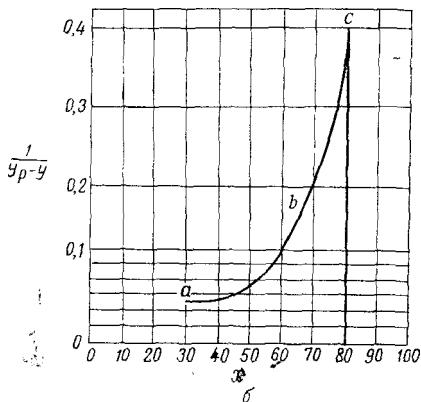
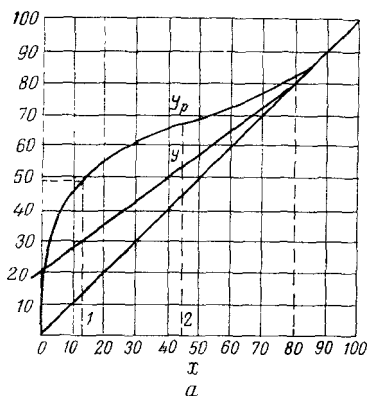


Рис. IV-4. Графическое построение для нахождения числа единиц переноса.

1 см^2 соответствует в масштабе построений $0,04 \cdot 10 = 0,4$. Следовательно, $m = 0,4 \cdot 20 = 8$.

Если бы ту же задачу мы решали по уравнению

$$m = \frac{y_k - y_n}{\Delta y_{\text{ср}}},$$

то получили бы $m = 6,25$.

Следовательно, приближенное решение дает в этом случае отклонение более чем на 20% и не может быть рекомендовано.

Тарельчатые аппараты. Эффективность тарельчатых аппаратов принято измерять ч. т. т., потому что в тарельчатой колонне реальный процесс носит явно ступенчатый характер. Поэтому естественно сравнивать его с совершенным ступенчатым процессом [11].

Однако для этой цели применяют также и метод ч. е. л.

Плановский и Касаткин [3] развили этот метод применительно к тарельчатым ректификационным аппаратам.

Очевидно, что метод построения интегральных кривых пригоден и здесь без каких-либо изменений.

Представляет интерес выяснение соотношения между ступенями концентрации и ч. е. п. Касаткин и Плановский рассматривают два случая.

1. Когда линия равновесия — прямая. Этот очень редкий случай может встретиться в истощающих колоннах.

Касаткин и Плановский показывают, что в этом случае число е. п., соответствующее одной ступени концентрации, не зависит от концентрации и определяется только углами наклонов прямой равновесия и прямой рабочих концентраций. В этом случае уравнение линии равновесия: $y_p = K_1 x$ и уравнение рабочей линии $y = K_2 x$. Отсюда (рис. IV—5):

$$\frac{y_p}{y} = \frac{K_1}{K_2} \quad \text{и} \quad y_p = y \frac{K_1}{K_2}.$$

Число единиц переноса, отвечающее одной ступени,

$$\begin{aligned} m_{o.c} &= \int_{y_{n_1}}^{y_{n_2}} \frac{dy}{y_p - y} = \int_{y_{n_1}}^{y_{n_2}} \frac{dy}{y \frac{K_1}{K_2} - y} = \int_{y_{n_1}}^{y_{n_2}} \frac{dy}{y \left(\frac{K_1}{K_2} - 1 \right)} = \\ &= \frac{K_2}{K_1 - K_2} \int_{y_{n_1}}^{y_{n_2}} \frac{dy}{y} = \frac{K_2}{K_1 - K_2} \ln \frac{y_{n_2}}{y_{n_1}}, \end{aligned}$$

но для ступени концентрации, согласно ее определению, $y_{n_2} = y_{n_1 p}$; отсюда

$$m_{o.c} = \frac{K_1}{K_1 - K_2} \ln \frac{y_{n_1 p}}{y_{n_1}} = \frac{K_2}{K_1 - K_2} \ln \frac{K_1 y_{n_1}}{K_2 y_{n_1}} = \frac{K_2}{K_1 - K_2} \ln \frac{K_1}{K_2}.$$

Если $\frac{K_2}{K_1}$ обозначить через a , то

$$m_{o.c} = \frac{a}{1-a} \ln \frac{1}{a}. \quad (\text{IV—11})$$

Таким образом, в этом случае число единиц переноса, отвечающее одной ступени, зависит только от отношения $K_1 : K_2$, т. е. от наклона рабочей линии равновесия.

Величина $m_{o.c}$ может быть определена по уравнению (IV—11) аналитически.

2. Когда линия равновесия — кривая. В этом случае m может быть определено для каждой отдельной ступени концентрации. Возможны следующие способы определения ч. е. п. для отдельных ступеней концентрации:

а) путем аналитического расчета (рис. IV—6)

$$m_{o.c} = \frac{y_n - y_{n-1}}{\Delta y_{ncp}};$$

здесь

$$\Delta y_{n\text{ср}} = \frac{\Delta y_n + \Delta y_c}{2};$$

б) путем графического интегрирования.

Этот способ представлен на рис. IV—7, где изображены два графика. На первом из них (а) проведено построение сту-

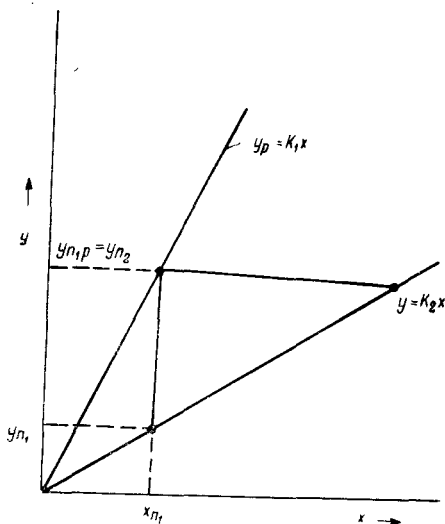


Рис. IV-5. Нахождение числа единиц переноса при $y_p = K_1 x$.

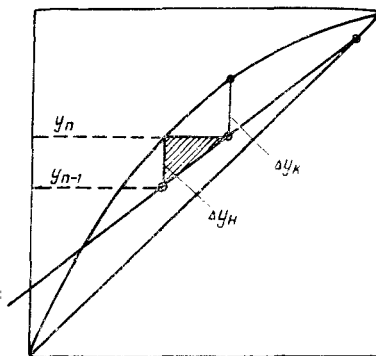


Рис. IV-6. К аналитическому расчету числа единиц переноса.

пней концентрации при $v = \infty$, на втором (б) — построение линии $\frac{1}{y_p - y} = f(v)$ тем же методом, что и для насадочных колонн. На графике б показаны границы площади, отвечающей отдельным тарелкам. Эффективность отдельных ступеней концентрации, выраженная в ч. е. п., различна. Она колеблется от 0,55 до 1,25. Это еще раз подтверждает неравноценность теоретических тарелок;

в) $m_{0,c}$ может быть определено и решением уравнения (IV—11), однако для большинства случаев этот метод неприменим.

Так, для случая, изображенного на рис. IV—7, а, можно подсчитать таким образом $m_{0,c}$ только для первой и второй тарелок. Для этих тарелок определение $m_{0,c}$ по формуле (IV—11) дает результаты, довольно близкие к найденным графически.

Сопоставляя результаты подсчетов, выполненных по трем изложенным способам, можно отметить их существенное различие. Поэтому следует рекомендовать наиболее точный метод — метод графического интегрирования.

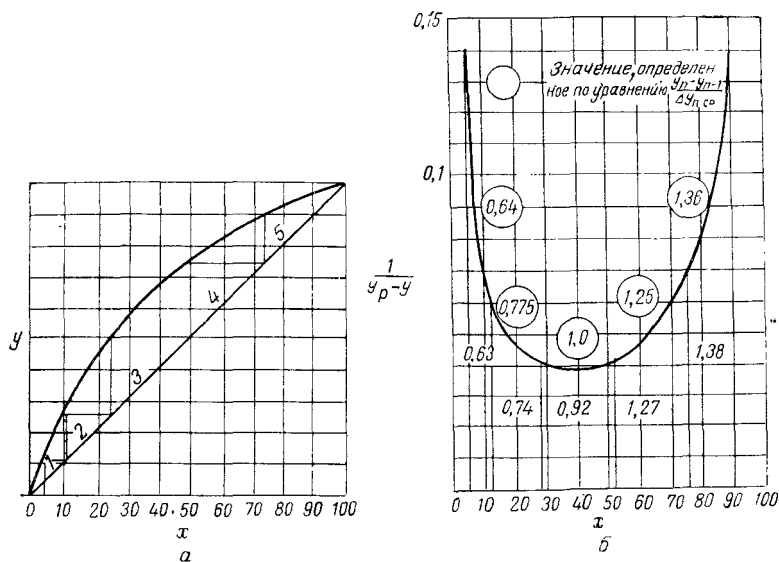


Рис. IV-7. Нахождение числа единиц переноса графическим интегрированием.

Применение ч. е. п. в расчете перегонных аппаратов

Определение эффективности перегонных аппаратов необходимо в трех случаях:

- 1) при техническом расчете аппарата для выявления его размеров;
- 2) при сравнении двух аппаратов с целью выявления наиболее эффективного;
- 3) при сравнении эффективности аппаратов при работе в различных режимах.

Остановимся на первой задаче. Пусть нам задано рассчитать перегонный аппарат для определенной смеси при заданных пределах разгонки и заданном v . Если известна кривая равновесия, то обычным графическим методом мы легко получим число необходимых для разгонки единиц переноса m . Дальнейший расчет сводится к тому, чтобы, основываясь на данных опыта или расчетным путем, определить основные размеры аппарата.

Для насадочных аппаратов должна быть определена высота насадки H , для тарельчатых — число тарелок z . Для того чтобы от ч. е. п. перейти к H и z , нужно знать высоту насадки, эквивалентную одной единице переноса h , или число тарелок, эквивалентное одной единице переноса — p . Величины h (для насадочных колонн) и p (для тарельчатых аппаратов) должны быть определены экспериментальным путем. Для этой цели необходимо исследовать производственные аппараты.

К сожалению, такая работа еще почти не начата и значе- ний h и p для аппаратов различных типов мы не имеем.

А. Г. Касаткин, А. Н. Плановский и О. С. Чехов разработали оригинальный метод расчета с использованием ч. е. п., основан- ный на определении коэффициентов массопередачи. Этот метод опубликован авторами в 1961 г. в книге «Расчет тарельчатых ректификационных и абсорбционных аппаратов» [12].

§ 2. ЭФФЕКТИВНОСТЬ ПЕРЕГОННЫХ И РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ СПИРТОВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Для оценки эффективности отдельной тарелки в практике спиртовой промышленности пользуются средним коэффициентом полезного действия реальных тарелок. Этот коэффициент равен отношению числа теоретических тарелок, необходимых для перегонки, к числу реальных тарелок, необходимых для той же цели.

Значения среднего к. п. д., найденные опытным путем, исполь- зуются при расчетах аппаратов для определения числа реальных тарелок. Как известно, для этого найденное расчетом число теоретических тарелок делят на средний к. п. д. данного типа тарелок. Отсюда ясно, что для расчета аппаратов необходимо знать с достаточной точностью величину среднего к. п. д. та- релок.

На основании обследования производственных аппаратов нами вычислены средние коэффициенты полезного действия тарелок ряда аппаратов [13, 14, 15] и в 1939 г. предложена таблица рекомендуемых значений к. п. д. (табл. IV—1).

Таблица IV-1
Рекомендуемые значения к. п. д.

Аппараты	Тип тарелок	К. п. д.	
Брагоперегонный бражная колонна	Двойного кипячения	0,9	
	Одинарного кипячения	0,6	
	лютерная колонна спиртовая колонна	Двойного кипячения	0,6
		Двойного кипячения	0,25
		Одинарного кипячения	0,15
Кубовый ректификацион- ный	Ситчатые	0,5	

При подсчете к. п. д. было принято, что дефлегматоры старых типов (змеевиковые, Бома) по эффективности эквивалентны одной теоретической тарелке, а дефлегматоры с горизонтальными трубами — числу сит, установленных в дефлегматоре.

Число теоретических тарелок определялось графическим путем как для колонн обогащения, так и для колонн истощения. Рабочие линии колонны строились для колонн обогащения по уравнению (II—5), а для колонн истощения — по уравнению (II—14). При построении учитывался эффект недогрева бражки. Кривая равновесия строилась по Бергштрему.

Е. Н. Бартенев [6] дает несколько иные значения к. п. д., не указывая основания для выбора их и условий их применения.

Значения к. п. д., рекомендуемые Е. Н. Бартеневым

Тип тарелок	К. п. д.
Брагоперегонные аппараты	
ситчатые спиртовой колонны	0,75
то же, брагоперегонной колонны	0,9
двойного кипячения бражной колонны	0,9
то же, спиртовой колонны	0,75
одинарного кипячения бражной колонны	0,6
многоколпачковые спиртовой колонны	0,75
Кубовые ректификационные аппараты	
ситчатые	0,5
многоколпачковые	0,5

Для бражных и кубовых колонн данные Бартенева в основном сходны с данными табл. IV—1, но существенно отличны для спиртовых колонн брагоректификационных аппаратов. По данным Бартенева, к. п. д. их в 3 раза больше, чем по нашим данным.

К. Д. Мартыненко [16] приводит данные о среднем к. п. д. тарелок колонн гидролизного производства, не указывая оснований их выбора и методов расчета:

Бражные колонны	0,7—0,9
Спиртовые колонны	0,5

Таким образом, и здесь данные для бражных колонн довольно близко совпадают с приведенными выше, а для спиртовых — существенно отличны.

В связи с изложенным, а также с некоторым уточнением методов расчета за последние годы возникает необходимость в уточнении значений эффективности тарелок колонн спиртового производства.

В основу определения к. п. д. положены данные производственных испытаний некоторых аппаратов — одноколонных и двухколонных аппаратов Борман—Шведе, Кузнецова и Алексева, Виганда. Кроме того, использованы данные испытаний одноколонного брагоперегонного аппарата Краснослободского

спиртового завода и кубового ректификационного аппарата Киевского ликеро-водочного завода, проведенные И. С. Мелентевой [17], а также трехколонного брагоректификационного аппарата косвенного действия Мироцкого спиртового завода, проведенные Киевским филиалом ВНИИСПа.

По найденному расчетным путем флегмовому числу проводился графический расчет аппарата и определялось число теоретических тарелок. Для истощающей части бражных колонн определение числа теоретических тарелок в нижней части колонны, где крепость ниже 0,2% мол., проводилось аналитическим путем.

При всех расчетах использовалась кривая равновесия, предложенная В. Н. Стабниковым и О. Г. Муразской [18].

Укрепляющее действие дефлегматора при всех расчетах не принималось во внимание.

При таких условиях определение эффективности тарелок спиртовой части колонны дает несколько завышенные значения. Это характерно большей частью для аппаратов, снабженных дефлегматорами с горизонтальными трубками и менее характерно для дефлегматоров с вертикальными трубками. При определении к. п. д. кубового аппарата расчет велся для периода отбора первого сорта.

Результаты расчетов сведены в табл. IV—2. Рассматривая эту таблицу, следует иметь в виду, что значения к. п. д. получены при определенных условиях расчета, изложенных при описании методики определения эффективности, а именно: расчеты проведены по указанной выше кривой равновесия, а не по кривой Бергштрема; построение рабочих линий проведено по уравнениям (II—5 и II—14). Однако, как показали подсчеты, полученные значения без большой погрешности могут быть использованы и при построении, проведенном с учетом того, что обогрев колонн проводится открытым паром [19]; принято, что укрепляющий эффект дефлегматора равен нулю.

Расчет числа тарелок в нижней части бражной колонны выполнен аналитически по уравнению Сореля [15].

Вопрос о к. п. д. тарелок эпорационной колонны был исследован в работе В. Н. Стабникова, А. С. Егорова и Г. Л. Висневской [20]. На основании экспериментального изучения на производственных аппаратах было найдено, что средний к. п. д. тарелок эпорационной колонны в концентрационной ее части равен 0,7.

Следует отметить, что многие авторы, исследовавшие вопрос о к. п. д. тарелок ректификационных аппаратов, указывают средний к. п. д. для аппаратов с колпачковыми тарелками в пределах от 0,66 до 0,96 [20].

На основании всего изложенного рекомендуются следующие средние к. п. д. тарелок (табл. IV—3).

Найденные значения к. п. д.

Система аппарата	Тип аппарата	Колонна	Система тарелок	Число тарелок		К. п. д. тарелок
				реальных	теоретических	
Борман—Шведе, одноколонный	Брагоспирегонный	Бражная Спиртовая	Двойного кипячения	14	7	0,6
				10	3,5	0,35
Кузнецова—Алексева, одноколонный	То же	Бражная Спиртовая	Двойного кипячения	16	9	0,57
				7	3,1	0,43
Борман—Шведе, двухколонный	»	Бражная Лютерная	Двойного кипячения	15	9	0,6
				9	6	0,67
Виганда, одноколонный	»	Бражная Спиртовая	Одинарного кипячения	13	3,2	0,246
				12	4,5	0,31
Краснослободской завод, одноколонный	»	Бражная Спиртовая	Двойного кипячения	18	10,5	0,58
				15	4,5	0,29
Киевский ликероводочный завод, кубовый аппарат	Ректификационный	Спиртовая	Многоколпачковая	44	21	0,47
Мироцкий завод, трехколонный аппарат косвенного действия	Брагоректификационный	Бражная Ректификационная (укрепляющая часть)	Двойного кипячения Многоколпачковая	18	9	0,5
				50	16	0,32

Таблица IV-3

Средние значения к. п. д. тарелок

Тип аппарата	Тип тарелки	Средний к. п. д.
Брагоспирегонный бражная колонна	Двойного кипячения	0,6
	Одинарного кипячения	0,5
спиртовая колонна	Двойного кипячения	0,5
	Двойного кипячения	0,6
Лютерная колонна	Двойного кипячения	0,5
	Многоколпачковая	0,5
Кубовый ректификационный	Двойного кипячения	0,5
	Ситчатая	0,5
Брагоректификационный бражная колонна	Многоколпачковая	0,7
	Многоколпачковая	0,5
эпюрационная колонна	Многоколпачковая	0,5
	Ректификационная колонна	0,5

§ 3. ГИДРОДИНАМИКА ТАРЕЛЬЧАТЫХ КОНТАКТНЫХ УСТРОЙСТВ [18]

Под термином «барботаж» понимают прохождение газа (пара) через слой жидкости [21]. Явление это, широко применяемое в различных отраслях промышленности, имеет особое значение для устройства и работы ректификационных и абсорбционных аппаратов, играющих громадную роль в пищевой промышленности. При осуществлении процессов, требующих приведения в тесный контакт пара (газа) и жидкости, применяются различные типы аппаратов, среди которых значительное место занимают аппараты с тарелками.

Несмотря на огромный экспериментальный материал, накопленный при изучении тарелочных аппаратов, в толковании основного вопроса о модификациях гидродинамического режима на тарелках имеются существенные разногласия. Вопрос этот стал предметом дискуссии, развернувшейся на страницах «Журнала прикладной химии» [22, 23, 24]. В ходе дискуссии выяснились следующие вопросы:

- 1) что должно быть положено в основу при определении гидродинамического режима на контактных тарелках;
- 2) какие режимы можно считать установленными для контактных тарелок различного типа;
- 3) каковы критерии перехода от одного режима к другому и чем этот переход определяется.

Факторы, определяющие гидродинамический режим барботажной тарелки

Известные системы гидродинамических режимов можно разделить на две группы. В первой группе определяющим фактором выбирается скорость пара (газа) в свободном сечении колонны. Во второй группе рекомендуется рассматривать явление комплексно, т. е. учитывая не только скорость газовой фазы, но и скорость движения жидкости на тарелке. Наиболее многочисленны работы, относящиеся к первой группе. Сюда относятся работы В. Н. Стабникова [25, 26, 27], А. Г. Большакова и его сотрудников [28, 29], И. П. Устюкина [30], А. М. Шуера [31], М. Е. Позина и его сотрудников [32], Г. П. Соломахи и В. И. Матрзова [33], О. С. Чехова [34], Г. В. Буровой [35], Э. К. Сийрдэ [36], П. Г. Ромапкина [21], Ю. И. Дытнерского [37], Ю. В. Поплавского [38] и многих других.

Изучение упомянутых исследований показывает, что независимо от вида контактных тарелок гидродинамические режимы барботажа остаются сходными. Поэтому, говоря о режимах, можно рассматривать гидродинамику барботажа независимо от вида тарелки. Разумеется, для каждого вида будут иметь

место отклонения от общего типа. Так, например, для всех перфорированных тарелок при малых скоростях пара будет иметь место провал жидкости, который исключается в колпачковых тарелках.

В этих работах с теми или иными отклонениями намечаются в основном следующие гидродинамические режимы: барботажный, который при малых скоростях газа носит наименование пузырькового, а при больших переходит в струйный (при осуществлении каждого из этих режимов в межтарелочном пространстве для всех типов тарелок имеются три зоны: барботажная, зона пены, зона брызг, а для колпачковых тарелок, кроме того, зона светлой — небарботируемой жидкости); пенный, возникающий при увеличении скорости газа и характеризующийся почти полным исчезновением барботажной зоны и возникновением слоя сильно турбулизованной подвижной пены; инжекционный (брызговой), характеризующийся тем, что жидкость увлекается газовыми потоками, что ведет к значительному уносу и к срыву работы аппарата.

Предложенная номенклатура [21] гидродинамических режимов не получила общего признания, и различные авторы вносят иногда свою терминологию, затрудняя тем самым взаимопонимание. Так, Соломаха и Матрозов [33] устанавливают следующие режимы барботажного процесса для ситчатых тарелок: провала при малых скоростях газа; неравномерной работы без провала; равномерной работы и ячистой пены; открытых газовых факелов с выходом их на поверхность подвижной пены; инжекционный. В качестве определяющего режим фактора они применяют также скорость пара в свободном сечении или в выходных отверстиях барботера.

Сопоставляя предлагаемые ими режимы с рассмотренными выше, нетрудно установить достаточно полное их соответствие:

Пузырьковый	Режим провала
Струйный	Неравномерный
Пенный	Равномерный
	Открытых газовых факелов
Инжекционный	Инжекционный

Основное различие заключается в том, что Соломаха и Матрозов вводят дополнительный режим открытых факелов, лежащий между режимом равномерной работы и инжекционным. Этот режим работы, по их наблюдениям, характеризуется тем, что газовые факелы прорываются местами до поверхности пены, разрушая ее. Слив в этом режиме в основном происходит за счет брызг и струй, попадающих в сливной стакан. По-видимому, турбулентный характер этого режима ведет к тому, что физическая характеристика жидкости не играет значительной роли. Этот режим можно рассматривать как переходный от пенного к инжекционному.

Аналогичную классификацию предлагают Мак-Алистер, Мак-Джиннис и Планк [39]. Они обнаружили четыре гидродинамических режима для тарелок с отверстиями: свободного провала; просачивания; устойчивой работы и накопления жидкости на тарелке (последний режим предшествует захлебыванию).

Усюкин и Аксельрод характеризуют возникновение гидравлических режимов на ситчатых тарелках тремя основными моментами [30]: условие прекращения проваливания жидкости через тарелку парами; нижний предел устойчивой работы тарелки, при котором начинается барботаж по всему рабочему сечению тарелки; верхний предел устойчивой работы тарелки, определяющий ее пропускную способность. Этим пределом является начало захлебывания колонны.

Сийрдэ [36] различает три режима работы: пузырьковый и струйный (инжекционный), что, как нам кажется, не вполне достаточно для характеристики гидродинамической картины барботажа.

В диссертационной работе Г. В. Буровой [35], выполненной под руководством П. Г. Романкова, исследована работа ситчатых тарелок в пенном режиме. Автор также указывает на наличие инжекционного режима, следующего за пенным при увеличении скорости пара в свободном сечении колонны.

А. А. Носков и В. Н. Соколов в работах [40, 41], посвященных гидродинамике ситчатых барботажных тарелок, устанавливают две фазы развития пенного режима: фазу ячеистой пены и фазу пены с утраченной ячеистой структурой. Это в основном совпадает с изложенными выше представлениями. Они же отмечают наличие переходных режимов и роль критерия Фруда, в выражение которого входит скорость газового потока.

Авторы отмечают, что переходу от зоны ячеистой пены к зоне подвижной пены соответствует значение $F_r = 1 \div 1,3$, а началу инжекционного режима в среднем $F_r = 5$. При $F_r > 10$ всегда наблюдается инжекционный режим.

Гидродинамика ячеистой пены была изучена также Ю. И. Азизовым и О. В. Маминовым [42, 43], которые нашли условия максимального вспенивания чистых жидкостей.

Поплавский устанавливает для барботажных тарелок следующие режимы: ядерный (пузырьковый?), пенный, факельный, инжекционный.

Не останавливаясь на других исследованиях, авторы которых придерживаются тех же концепций [40], перейдем к рассмотрению работ Р. А. Меликяна [22, 24, 44].

Р. А. Меликян обратил внимание на момент, который ранее не был изучен: на движение жидкости, находящейся на тарелке, под влиянием барботажа. Проанализировав движение единичного всплывающего в жидкости пузырька газа, он пришел

к заключению о сложности движения жидкости на тарелке. Это движение представляется им следующим образом. Вследствие подъема пузырька газа в жидкости на тарелке возникает три одновременно существующих потока, кроме потока жидкости на тарелке от одного сливного стакана к другому: поток всплывающих пузырей, поток нисходящей жидкости и поток восходящей газожидкостной смеси. Скорость этих потоков находится в зависимости от количества поступающего на тарелку газа и может быть определена из следующих соотношений [6]:

$$\omega_{\Gamma} = \frac{V_{\text{сек}}}{F_{\Gamma}}; \quad \omega_{\text{ж}} = \frac{V_{\text{сек}}}{F - F_{\Gamma}}; \quad \omega_{\text{см}} = \frac{V_{\text{сек}}}{F},$$

где ω_{Γ} , $\omega_{\text{ж}}$, $\omega_{\text{см}}$ — линейная скорость газа, жидкости и смеси;
 $V_{\text{сек}}$ — секундный объем газа;
 F — площадь сечения колонны;
 F_{Γ} — площадь сечения газового потока.

При выводе этих уравнений принято, что объем масс, перемещаемых в единицу времени, во всех потоках одинаков. Кроме того, допущено, что движение газа происходит только в виде пузырей, которые не обладают силой инерции, а между паром и жидкостью не происходит массо- и теплообмена [44]. Эти допущения в значительной степени обесценивают выводы Р. А. Меликяна, так как они в полной мере относятся, очевидно, только к пузырьковому режиму барботажа. Практически же мы с этим режимом в контактных аппаратах не имеем дела. Следует также отметить, что величина F_{Γ} является практически неопределимой, а тем самым неопределимо и соотношение скорости потоков. Таким образом, единственным количественно определяемым фактором остается скорость пара (газа) в свободном сечении колонны. Недостатками анализа, проведенного Р. А. Меликяном, является то, что он рассматривает движение газа в жидкости только как всплывание. В действительности же, начиная со струйного режима барботажа, мы имеем дело не только с пузырями, но и со струями. При этом нельзя не учитывать как скорости вылета струй, так и инжекционного эффекта.

В результате анализа движения потока газа и жидкости Р. А. Меликян приходит к следующим представлениям о режимах, возникающих при всплывании газа в слое жидкости [24]:

барботажный, т. е. режим свободного всплывания газовых пузырьков в слое жидкости;

смешанный, представляющий собой чередование барботажного и струйного режимов;

струйный;

пенный, который в определенном интервале скорости может сосуществовать со смешанным режимом.

Сопоставляя эту классификацию с изложенной выше, можно заключить, что представление Р. А. Меликяна о режимах барботажного процесса не расходится с изложенными ранее.

В итоге рассмотрения современных взглядов на гидродинамику барботажного процесса можно представить следующую резюмирующую их таблицу (табл. IV—4).

Таблица IV-4
Основные гидродинамические режимы барботажа

Режим	Зоны в межтарелочном пространстве	Характеристика режима
Барботажный Пузырьковый	Барботажная Пенная Брызг	Через слой жидкости проходят отдельные пузырьки газа или пара. В тарелках ситчатого типа имеет место провал жидкости. Работа тарелок неравномерна. Массопередача происходит за счет молекулярной диффузии
Струйный	Барботажная Пенная Брызг	Газ (пар) образует струи (факелы), вырывающиеся из сопла в жидкость. От них отделяются пузырьки. Образующаяся пена имеет мелкоячеистую структуру. Работа тарелок равномерна. Массопередача идет за счет молекулярной и турбулентной диффузии
Пенный (режим свободной турбулентности)	Пенная	Барботажная зона почти полностью исчезает. Пена становится подвижной и сильно турбулизованной. Работа тарелки равномерна. Имеет место турбулентная диффузия
Инжекционный (брызговой)	Резко различных зон нет	Паровые факелы выходят на поверхность пены. Количество брызг увеличивается. Имеет место турбулентная диффузия. Резко увеличивается унос

Рассматривая табл. IV—4, мы должны считать ее первым приближением к описанию гидродинамических режимов барботажа. В зависимости от условий могут возникать переходные режимы, а в определенных условиях некоторые режимы, например пенный [45], не будут иметь места. В этом случае струйный режим непосредственно переходит в инжекционный. Сложный характер рассматриваемого явления не позволил пока учесть все обстоятельства, способствующие возникновению того или иного режима. Однако, оценивая состояние наших представлений о гидродинамике барботажа, можно сказать, что за последние годы работы советских ученых много дали для выяснения этого сложного явления.

Рассмотрим теперь условия существования режимов, которые в настоящее время могут быть признаны достаточно доказанными.

Критерии перехода гидродинамических режимов барботажа

Возникновение того или иного режима в настоящее время констатируется при помощи визуального наблюдения, моментальной фотосъемки или киносъемки. Получила также применение скоростная киносъемка, дающая наиболее объективные представления о ходе процесса.

Пузырьковый режим барботажа был открыт и изучен ранее других. Ему посвящены обстоятельные работы, которыми выяснено течение этого режима и условия его перехода в струйный [25, 28, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54]. Не останавливаясь здесь на подробной характеристике пузырькового режима, отметим только условия перехода этого режима в струйный. Так, Стабников [25], впервые обнаружив явления перехода пузырькового режима в струйный, выяснил, что критическая скорость зависит от диаметра насадок, типа их и не зависит от глубины слоя жидкости.

Аксельрод и Дильман [51] нашли, что

$$\omega_{кр} = \left(\frac{d}{d_0}\right)^2 \frac{2}{3} v, \quad (IV-12)$$

где d_0 — диаметр отверстий (выходных);

d — диаметр пузырька;

v — скорость всплывания пузырька.

Величина d может быть найдена из уравнения

$$d \approx \sqrt[3]{\frac{6\sigma d_0}{\gamma_{ж}}}, \quad (IV-13)$$

где σ — поверхностное натяжение, $\kappa\Gamma/\text{м}$;

$\gamma_{ж}$ — удельный вес жидкости, $\kappa\Gamma/\text{м}^3$.

Эти авторы предложили график для нахождения критической скорости [51]. Возникновение струйного режима характеризуется тем, что единичные пузырьки, выходящие из отверстий, сливаются и образуется непрерывная струя газа (факел), выходящая из отверстий. Эта струя довольно быстро распадается на отдельные пузырьки, движущиеся в жидкости.

Изучением струйного режима барботажа также занимались многие исследователи [22, 24, 26, 28, 29, 31, 32, 33, 35, 36, 37]. Этот режим был исследован Стабниковым [25], который выяснил условия его возникновения и особенности протекания. Возникая при значительных скоростях газа и пара, этот режим часто является рабочим в контактных аппаратах.

Как и в пузырьковом режиме, при осуществлении струйного режима в межтарелочном пространстве имеются три зоны: барботажа, пены и брызг. Для колпачковых тарелок появляется еще одна зона — небарботируемой (светлой) жидко-

сти. Так, А. И. Скобло и Сюй Вэнь-юань [55] указывают на наличие для колпачковых тарелок четырех зон: небарботируемой жидкости, недеформированных струй, деформированных струй, контакта крупных и мелких капель с потоком газа в межтарелочном пространстве.

Оценка роли каждой из этих зон в образовании поверхности контакта различна. Некоторые авторы считают, что максимальная поверхность контакта развивается в зоне пены и брызг [11, 56, 57].

На значительную роль зоны брызг указывает И. М. Аношин [56]. В противоположность этому Л. С. Аксельрод и Т. М. Юсова [58] полагают, что роль зоны брызг не может быть значительной. Последнее утверждение нуждается в дополнительной проверке.

В последние годы предприняты попытки решить задачу непосредственными измерениями, т. е. экспериментальными определениями поверхности контакта фаз на тарелках различной конструкции. В этом направлении, например, проведен ряд работ под руководством А. И. Родионова [59, 60, 61, 62].

Для определения поверхности контакта фаз разработан ряд методов: метод, основанный на изучении химической реакции, скорость которой известна; метод отражения светового потока; метод, основанный на изучении светопропускания газожидкостного слоя; метод фотографирования газожидкостной системы.

Определения межфазной поверхности, проведенные различными методами, дают достаточно близкие значения, что, по-видимому, говорит о практической возможности определения межфазной поверхности.

Предложены уравнения, позволяющие определить удельную поверхность контакта фаз, отнесенную к 1 м^2 площади тарелки — A .

Общий вид этой зависимости таков [67]:

$$A = \psi_1 [\Gamma_c]^m = \psi \left(\frac{\Delta P_{\text{п}}}{\gamma_{\text{ж}} d_{\text{п}}} \right)^m,$$

здесь $\Gamma_c = \frac{\Delta P_{\text{п}}}{\gamma_{\text{ж}} d_{\text{п}}}$ — критерий гидравлического сопротивления;

$\Delta P_{\text{п}}$ — гидравлическое сопротивление пенного слоя, $\gamma_{\text{ж}}$ — удельный вес жидкости и $d_{\text{п}}$ — средний размер пузырька пены. Для режима ячеистой пены на переточных тарелках

$$A = 28 \Gamma_c^{0.25}.$$

Для других режимов

$$A = 17 \Gamma_c^{0.8}.$$

Эти результаты интересны еще и с той точки зрения, что они подтверждают зависимость между затратой энергии при барботаже и поверхностью контакта фаз.

В более общей форме эта зависимость выражена уравнением Рейхардта [63].

Как указывается многими исследователями, для струйного режима характерна ячеистая структура пены, которая при этом режиме остается малоподвижной. Столб пены играет роль брызгоуловителя и в пределах некоторых скоростей уменьшает брызгоунос [27].

По мере увеличения скорости газа слой пены растет, а слой жидкости, барботируемой газом, уменьшается. При некоторых условиях (достаточно большое живое сечение тарелки, не слишком малая толщина исходного слоя жидкости на тарелке) возникает режим, который получил название пенного. Этот режим характеризуется почти полным исчезновением жидкого барботажного слоя и сильно развитым подвижным слоем турбулизированной пены.

На возникновение этого режима влияют скорость газа, конструктивные факторы (особенно высота сливной перегородки) и свойства жидкости и газа. Грубо приближенно указывают, что режим этот лежит в пределах скорости газа в свободном сечении колонны от 0,6—0,8 до 3,5—4 м/сек. Однако при некоторых условиях пенный режим вообще не возникает и непосредственно от струйного режима происходит переход к инъекционному. Пенный режим особенно детально исследован М. Е. Позиным и его сотрудниками [23, 32]. Этот же режим изучался И. Н. Кузьминых с сотрудниками [64, 65, 66, 67, 68]. Следует отметить, что в оценке эффективности увеличения скорости газа за пределы, определяющие струйный режим, имеется расхождение. И. Н. Кузьминых указывает на то, что в ряде опытов, проведенных им, увеличение скорости не привело к должному эффекту [67]. По-видимому, это объясняется тем, что условия проведения опыта способствовали переходу от струйного режима непосредственно к брызговому. В частности, этому способствовала малая высота сливной перегородки [69].

В настоящее время имеются попытки дать математические выражения, которые определили бы критическую скорость возникновения этого режима [40, 41, 64].

Так, А. А. Носков и В. Н. Соколов [40, 41], считают, что критерием для перехода от мелкоячеистой пены (струйный режим) к зоне подвижной пены (пенный режим) на ситчатых тарелках следует принимать критерий Фруда:

$$Fr = \frac{\omega^2}{gh}, \quad (IV-14)$$

где ω — скорость газа (пара) в колонне;

g — ускорение силы тяжести;

h — высота сливного порога.

Как указывалось выше, границе перехода к пенному режиму соответствует значение $Fg \approx 1$.

И. П. Мухленов [64] предложил общее критериальное уравнение гидродинамического подобия пенного слоя и показал перспективность применения метода подобия при изучении гидродинамики барботажного процесса.

Пенный режим, как и струйный, является рабочим режимом контактных аппаратов.

В. В. Кафаров, который посвятил ряд работ изучению гидродинамики и массопередачи в контактных аппаратах [70, 71], отмечает, что высокая эффективность аппаратов может быть обеспечена только при развитой свободной турбулентности в контактной зоне. Кафаров отмечает, что режим свободной турбулентности в тарельчатых аппаратах, как и в насадочных, соответствует минимальному удельному весу газожидкостных эмульсий. При этом в тарельчатых аппаратах наблюдается максимальная высота пены. Этим условиям отвечает режим струйный на границе с пенным и пенный. В насадочных колоннах этим условиям отвечает режим эмульгирования, открытый Кафаровым. Поэтому В. В. Кафаров именуется соответствующий режим в тарельчатых аппаратах (ситчатых) также режимом эмульгирования.

Анализируя и сопоставляя работу насадочных и ситчатых колонн в режиме развитой свободной турбулентности, Кафаров приходит к весьма важному выводу о глубокой аналогии в работе этих различных по типу аппаратов. Он отмечает также, что в ситчатых колоннах режим эмульгирования наступает при меньших скоростях пара, чем в насадочных. В условиях развитой свободной турбулентности массообмен происходит весьма интенсивно. При этом роль молекулярной диффузии незначительна. Взаимное проникновение газовых и жидкостных вихрей настолько велико, что массообмен достигает максимального значения, не достижимого при всех прочих режимах. При этом роль физико-химических свойств системы не имеет существенного значения.

Для насадочных колонн скорость пара, определяющая момент возникновения режима свободной турбулентности, может быть определена по формуле [70, 71, 72, 73], предложенной Кафаровым и Плановским. Для тарельчатых аппаратов, к сожалению, аналогичной формулы не существует. Нужно надеяться, что при более глубоком изучении гидродинамики тарельчатых аппаратов такие расчетные уравнения будут получены.

Пенный режим, а при некоторых обстоятельствах — и струйный, при дальнейшем увеличении скорости переходит в инжекционный или брызговой, который предшествует срыву работы аппарата. При этом режиме струи пара прорываются

в массу пены, подавляя ее и инжেকтируя жидкость. Обильный брызгонос понижает эффективность работы контактного устройства. Г. В. Булова [35] под руководством П. Г. Романкова выполнила диссертацию, в которой предложила для ситчатых тарелок уравнение для определенной скорости пара, соответствующей переходу к инжекционному режиму. Это уравнение имеет следующий вид:

$$\omega_{\text{н}} = 0,14 \frac{\gamma_{\text{ж}}^{0,65} \sigma^{0,1} h^{0,22} d^{0,47}}{\gamma_{\text{п}}^{0,65} \mu^{0,1} t^{0,24}}, \quad (\text{IV}-15)$$

где $\omega_{\text{н}}$ — искомая скорость, м/сек;
 $\gamma_{\text{п}}$ и $\gamma_{\text{ж}}$ — удельный вес пара и жидкости, кг/м³;
 σ — поверхностное натяжение, кг/м;
 h — высота сливной перегородки, м;
 d — диаметр отверстий, м;
 μ — динамический коэффициент вязкости, кг·сек/м²;
 t — расстояние между центрами отверстий, м.

Этот вопрос был изучен также в работах Ю. А. Шахова, А. А. Носкова и П. Г. Романкова [74, 75, 76, 77, 78].

Авторы нашли, что устойчивый пенный режим на ситчатой тарелке будет иметь место при скорости газа, меньшей ω , где ω находится из уравнения

$$\omega = 2,92 \frac{\sigma^{0,23} d_0^{1,16} h^{0,25} D^{0,23}}{t^{1,6}} \left(\frac{L}{G} \right)^{0,5a},$$

здесь σ — поверхностное натяжение, н/м;
 d_0 — диаметр отверстия, м;
 h — расстояние между тарелками, м;
 D — диаметр колонны, м;
 t — шаг отверстий, м;
 L — орошение тарелки, кг/ч;
 G — расход газа, кг/ч;
 $a = 0,126 \left(\frac{D}{d_0} \right)^{0,26}$.

Для провальных тарелок вопрос о моменте перехода от пенного режима к инжекционному рассмотрен А. Г. Касаткиным и др. [79]. Для других типов тарелок уравнений для критической скорости перехода от пенного к инжекционному режиму нет.

О. С. Чехов и В. И. Магрозов [80] при исследовании массообмена на колпачковых тарелках установили, что в их опытах инжекционный режим наступил при скоростях пара между тарелками от 0,85 до 1,1 м/сек. Этот режим они назвали режимом фонтанирования и установили, что критическая скорость перехода зависит от величины свободного сечения тарелки. Вероятно также влияние конструктивного фактора и

особенно, как было указано выше, высоты сливной перегородки.

В связи с изложенным может быть поставлен вопрос о том, в какой связи находятся уравнения для определения допустимой скорости в тарельчатых аппаратах с представлением о режиме свободной турбулентности как оптимальной зоне работы аппаратов. Так как многие уравнения, предлагаемые для этой цели, основаны на рассмотрении только уноса, то целесообразно пересмотреть их с этой новой точки зрения.

Из рассмотрения работ, так или иначе затрагивающих вопрос о гидродинамических режимах в тарельчатых аппаратах, можно заключить, что за последние годы достигнуто глубокое понимание гидродинамики процесса барботажа, намечены и исследованы основные режимы этого процесса. Много сделано для изучения критериев перехода от одного режима к другому.

Мы отметили, что в целом ряде вопросов имеются еще невыясненные пункты, которые нуждаются в исследовании. Точное знание гидродинамики барботажа уже принесло существенную практическую пользу при проектировании и эксплуатации промышленных установок.

Следует углубить изучение этого важного процесса, чтобы еще более повысить эффективность барботажных аппаратов.

§ 4. ГИДРОДИНАМИКА НАСАДОЧНЫХ КОЛОНН

В насадочных колоннах мы имеем случай движения жидкости и газа через слой твердых тел различной конфигурации. Изучение этого движения жидкого потока за последнее десятилетие [81, 82, 83, 84, 85, 86, 87] позволило выяснить механизм процесса и сформулировать основные закономерности его. Глубокое изучение процесса вместе с тем дало возможность значительно интенсифицировать процесс и расширить область его применения.

При изучении противоточного движения газа и жидкости в насадочных колоннах наблюдаются 4 режима движения, возникающие в зависимости от плотности орошения и скорости газа.

Пленочный режим имеет место при малых плотностях орошения и малых скоростях газа (пара).

В этом режиме орошающая жидкость движется по орошаемой насадке в виде пленок и капель, перемещающихся от одного элемента насадки к другому. Контакт между паром и жидкостью происходит на поверхности жидкости, смачивающей насадку.

Пар движется в этом режиме непрерывным сплошным потоком, заполняя свободный объем насадки. Дисперсной фазой при этом режиме является жидкость, а сплошной фазой — газ.

Промежуточный режим возникает при увеличении плотности орошения и скорости газа при переходе к турбулентному режиму. В промежуточном режиме уже начинает сказываться тормозящее действие пара на жидкий поток. Пленки и струи в этом режиме, взаимодействуя с паром, заставляют его образовывать вихри, однако сплошной фазой и в этом режиме является пар. При дальнейшем увеличении скорости пара возникает турбулентный режим.

Турбулентный режим характеризуется тем, что жидкая фаза в нем турбулизована, но течение ее сохраняет струйно-пленочный характер. Режим этот возникает при таких скоростях пара, при которых пар препятствует стоку жидкости и вызывает подвигание (задержку) жидкости в насадке.

Взаимодействие фаз происходит на поверхности турбулизованной пленки жидкой фазы. Сплошной фазой остается паровая фаза.

Эмульгационный режим. Турбулентный режим переходит в последний, наиболее эффективный, режим эмульгирования. При этом режиме работы колонны нельзя уже определить, какая из фаз является сплошной, а какая — дисперсной. Фазы непрерывно инверсируют, меняясь ролями. Происходит интенсивное перемешивание фаз. Режим этот возникает при больших плотностях орошения и скорости газа. Как в той, так и в другой фазах при этом режиме возникают многочисленные вихри. При дальнейшем увеличении скорости газа в некоторый момент жидкость перестает перемещаться вниз и увлекается потоком газа вверх. Происходит явление, называемое «захлебыванием». Жидкость поднимается выше верхнего уровня насадки и выбрасывается из аппарата.

На рис. IV—8 показана зависимость перепада давления на единицу высоты насадки от скорости газа. Цифрами обозначены последовательно возникающие режимы: 1 — пленочный, 2 — промежуточный, 3 — турбулентный, 4 — эмульгационный. Буквами обозначены особые точки — точки перехода от одного режима к другому: *a* — точка торможения, *b* — точка подвигания, *c* — точка инверсии фаз, *d* — точка захлебывания.

Для сухой насадки величина сопротивления ее изображается прямой линией. Для работающей колонны та же зави-

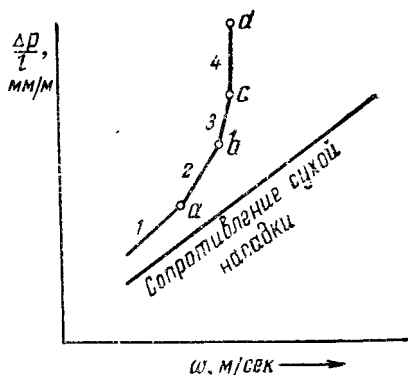


Рис. IV-8. Гидродинамические режимы работы насадочных колонн.

симось представлена ломаной линией, причем точки перелома соответствуют переходу от одного режима к другому.

На основании обширного экспериментального материала Кафаров предложил уравнение для нахождения скорости, при которой происходит инверсия фаз. Это уравнение имеет следующий вид:

$$\lg \left(\omega_{0.и}^2 \frac{\sigma}{g F_c^3} \frac{\gamma_r}{\gamma_{ж}} \mu^{0,16} \right) = \\ = -0,125 - 1,75 \left(\frac{L}{G} \right)^{1/4} \left(\frac{\gamma_r}{\gamma_{ж}} \right)^{1/8}, \quad (IV-16)$$

здесь $\omega_{0.и}$ — искомая скорость пара, при которой происходит инверсия, *м/сек*;

σ — удельная поверхность насадки, *м²/м³*;

γ_r — удельный вес пара (газа), *кг/м³*;

$\gamma_{ж}$ — удельный вес жидкости, *кг/м³*;

$\mu_{ж}$ — вязкость жидкости, *спз*;

L — массовый поток жидкой фазы, *кг/(м²·ч)*;

G — массовый поток пара (газа), *кг/м²*;

F_c — свободный объем насадки, *м³/м³*;

g — ускорение силы тяжести, *м/сек²*.

Пользуясь этим уравнением, можно определить величину $\omega_{0.п}$. Если нам известна скорость ω_0 , при которой работают колонны, то мы можем определить режим ее работы из следующих соотношений:

$$\text{турбулентный режим } \frac{\omega_0}{\omega_{0.и}} = 1 \div 0,85;$$

$$\text{точка подвисания } \frac{\omega_0}{\omega_{0.и}} = 0,85;$$

$$\text{промежуточный режим } \frac{\omega_0}{\omega_{0.и}} = 0,85 \div 0,45;$$

$$\text{точка торможения } \frac{\omega_0}{\omega_{0.и}} = 0,45;$$

$$\text{плечный режим } \frac{\omega_0}{\omega_{0.и}} < 0,45.$$

Как ω_0 , так и $\omega_{0.и}$ — здесь фиктивные скорости, рассчитанные на полное сечение колонны.

Режим принудительного эмульгирования [88]. После того как было выяснено, что режим эмульгирования является наиболее эффективным, был разработан метод искусственного создания этого режима по всей высоте насадки при любой скорости пара [9]. Парожидкостная система удерживается при этом на заданной высоте путем установки переточной

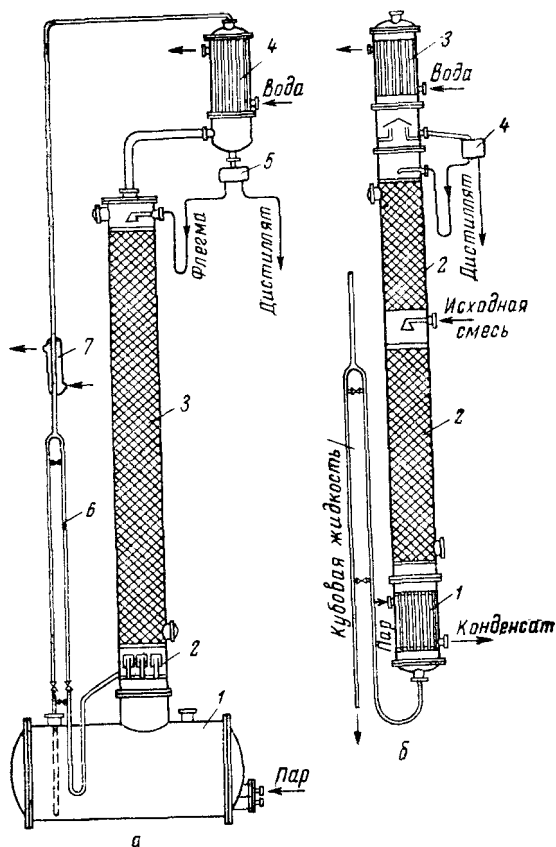


Рис. IV-9. Эмульгационные колонны:

а — периодического действия: 1 — куб, 2 — ввод пара, 3 — насадочная колонна, 4 — дефлегматор, 5 — регулятор подачи флегмы, 6 — перегородчатая труба, 7 — холодильник;
 б — непрерывного действия: 1 — кипятильнички, 2 — насадочная колонка, 3 — дефлегматор, 4 — регулятор флегмы

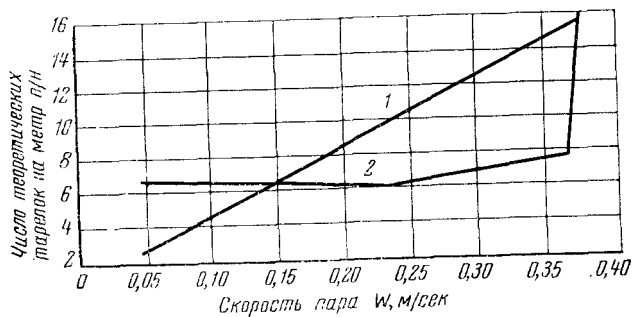


Рис. IV-10. Изменение эффективности разделения в зависимости от скорости пара:

1 — в эмульгационной колонне, 2 — в обычной насадочной колонне.

U-образной трубы. Труба в нижней части снабжается гидравлическим затвором, а в верхней — устройством для разрыва сифона.

На рис. IV—9 приведены схемы ректификационных аппаратов периодического (а) и непрерывного (б) действия с принудительной эмульгацией, а на рис. IV—10 — изменение эффективности колонн, работающих в пленочном и эмульгационном режиме при изменении в них скорости пара.

Эффективность, отложенная на вертикальной оси (см. рис. IV—10), оценивается числом теоретических тарелок, проходящих на 1 м высоты насадки. Как видно из графика, эффективность эмульгационной колонны растет непрерывно по закону прямой линии. Эффективность колонны, работающей без принудительной эмульгации, резко повышается только при переходе к эмульгационному режиму при большой скорости пара.

В статье В. Н. Стабникова и П. С. Цыганкова [89] изложены результаты опытов применения насадочных эмульгационных колонн в спиртовой промышленности. Эксперименты по перегонке бражки проводились на полупромышленной установке с колонной диаметром 255 мм. Реечная насадка имела высоту 7000 мм. В другой серии опытов при том же диаметре колонны высота реечной насадки составляла 6500 мм. Под ней располагался слой кольцевой насадки (25×25×3 мм).

В обеих сериях опытов колонна работала в режиме принудительного эмульгирования устойчиво. Наиболее рациональным оказалось устройство с подслоем кольцевой насадки. Эффективность колонны значительно превосходила эффективность аналогичной колонны, работающей в пленочном режиме.

В той же работе был исследован вопрос о возможности применения эмульгационных насадочных колонн для ректификации и эспирации спирта. Исследование проводилось в лабораторных условиях в стеклянной колонне со стеклянной кольцевой насадкой размерами 8×6,3×0,9 мм.

Было выяснено, что и в этом случае эмульгационные насадочные колонны работают эффективно и могут заменить тарельчатые аппараты.

§ 5. ГИДРОДИНАМИКА ТРУБЧАТЫХ АППАРАТОВ

Трубчатые аппараты не применяются в спиртовой промышленности. Однако мы видели (глава III), что они могут быть использованы для перегонки и ректификации спирта, особенно в случае перегонки под вакуумом.

Опытами [90, 91, 92, 93] установлено, что при работе трубчатых колонн в зависимости от скорости пара могут быть от-

мечены три режима: ламинарный, промежуточный и турбулентный (эмульгационный).

На рис. IV—11 представлена (по опытам А. П. Николаева) эффективность трубчатых колонн в зависимости от Re_p , т. е. от числа Рейнольдса, высчитанного для парового потока. Эффективность выражена в в. э. е. п., отнесенных к диаметру труб.

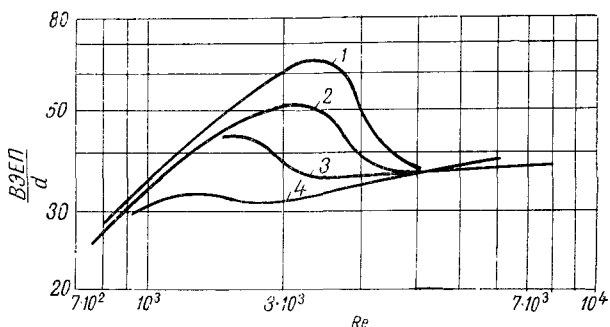


Рис. IV-11. Зависимость высоты, эквивалентной единице переноса массы, от критерия Re парового потока:
1 — $d = 8$ мм, 2 — $d = 12$ мм, 3 — $d = 16$ мм, 4 — $d = 20$ мм.

Весьма интересно, что в трубчатых колоннах, как и в насадочных, имеет место режим эмульгирования. При некоторой скорости пара (несколько меньшей, чем скорость, при которой возникает захлебывание) у нижнего края трубы возникает пробка эмульсии пара и жидкости, которая постепенно заполняет всю трубу.

Возникновение режима эмульгирования сопровождается заметным увеличением гидравлического сопротивления и увеличением эффективности перегонки.

Коэффициенты массопередачи в трубах диаметром 8—12 мм при работе в режиме эмульгации в 1,5—2 раза выше, чем при пленочном. Потери напора составляли 36—55 мм вод. ст. на 1 м длины трубы.

§ 6. СОВРЕМЕННЫЕ ВЗГЛЯДЫ НА ПРОЦЕСС МАССОПЕРЕДАЧИ

В течение многих лет механизм процесса массопередачи в ректификационных аппаратах описывался на основе пленочной теории [94]. Согласно этой теории, на границе раздела фаз образуются две ламинарные пленки, механизм переноса в которых чисто молекулярный. Все сопротивление процессу массопередачи, согласно пленочной теории, сосредоточено в этих пленках.

Такой взгляд на процесс массопередачи законен в тех случаях, когда массопередача идет между твердой и жидкой или

твердой и газообразной фазами. В этом случае экспериментально установлен пристенный пограничный слой, в котором идет процесс молекулярного переноса.

Однако, когда речь идет о процессе ректификации, где массопередача протекает в системе жидкость — газ, существование таких ламинарных слоев становится сомнительным [95]. В этом случае поверхность раздела фаз, как мы видели из изложенного в предыдущих параграфах настоящей главы, становится неустойчивой, постоянно меняющейся, и преобладающее значение получает явление турбулентной диффузии. Отсутствие твердых стенок на границе раздела фаз придает движению своеобразный характер, который получил название свободной турбулентности. При этом режиме в двухфазном потоке преобладают вихри с осями, перпендикулярными оси потока, что способствует переходу массы вещества из одной фазы в другую. В таком случае эффект молекулярной диффузии становится неизмеримо малым по сравнению с эффектом турбулентной диффузии.

Пленочная теория, однако, не потеряла значения. Если трудно согласиться с представлением о наличии ламинарных пленок в условиях ректификации, то большинство исследователей полагает, что сопротивление массопередачи складывается из двух величин: сопротивления жидкой фазы и сопротивления паровой фазы. Поэтому при рассмотрении процесса массопередачи при ректификации говорят о коэффициентах массоотдачи α_1 и α_2 и коэффициенте массопередачи K . При этом $\frac{1}{K} = \frac{1}{\alpha_1} + \frac{1}{\alpha_2}$, т. е. сопротивление массопередачи $\frac{1}{K}$ складывается из двух сопротивлений: $\frac{1}{\alpha_1}$ и $\frac{1}{\alpha_2}$. Пленочная теория остается, таким образом, в употреблении, хотя представление о наличии ламинарных пленок подвергается сомнению [95].

В. Г. Левич, критически рассматривая пленочную теорию [95] массообмена, изложил новую принципиально отличную концепцию. Он вводит понятие о диффузионном пограничном слое, который имеет следующие свойства: 1) в диффузионном пограничном слое имеет место как молекулярная, так и конвективная диффузия; 2) толщина диффузионного слоя не является фиксированной, слой не обладает четкой границей и толщина его зависит от скорости течения, свойств системы и коэффициента диффузии; 3) диффузионный слой представляет собой область наиболее резкого изменения концентрации вещества.

Если применить теорию диффузионного слоя к случаю ректификации, то, очевидно, мы должны учитывать наличие диффузионного слоя как со стороны жидкой фазы, так и паровой. Следовательно, и в этом случае сопротивление массопередачи

будет складываться из двух величин, каждая из которых будет характеризовать сопротивления со стороны одной из фаз. Следовательно, будет справедлива формула $\frac{1}{K} = \frac{1a}{a_1} + \frac{1}{a_2}$.

Одной из первых работ, в которой вопрос о массопередаче при ректификации рассматривался с иной точки зрения, была работа автора, опубликованная в 1937 г. [13, 96, 97].

В ней была выдвинута идея о том, что в процессе диффузионного обмена основную роль играет процесс обновления поверхности контакта. Автор писал: «С нашей точки зрения, именно эта вновь образуемая поверхность играет решающую роль в процессе диффузии, а не общая поверхность контакта между фазами, как это предполагается обычно. Это покажется ясным, если мы учтем, что при обнажении новых слоев жидкости мы приводим в контакт свежие, еще не участвовавшие в диффузии, элементы».

Обозначив эту поверхность через F , автор считал ее размерность $[м^2/(\text{сек} \cdot \text{кг})]$. Таким образом F — «есть количество новой поверхности в квадратных метрах, возникающее за секунду на каждый килограмм пара».

Аналогичные идеи были высказаны также Данкверцем [98, 99].

Данкверц [98] считает, что пленочная теория не отражает истинной картины явлений, происходящих при диффузионных процессах при перемешивании жидкости паром или газом. По его представлениям, основой массообмена в этом случае является процесс непрерывного обновления поверхности раздела фаз.

На поверхности контакта фаз непрерывно идет замена частиц жидкости свежими, которые приходят из глубины (ядра) потока. При этом вблизи поверхности контакта перенос массы совершается за счет молекулярной диффузии.

В 1949 г. М. Х. Кишиневский и А. В. Памфилов [100] опубликовали работу, посвященную теории абсорбции.

Кишиневский полагает, что основным моментом в диффузионном процессе является непрерывное обновление поверхности контакта. В ряде работ [101, 102] Кишиневский развивает эту идею, однако, в отличие от взглядов Данкверца, считает, что на поверхности контакта идет не только молекулярная, но и турбулентная диффузия.

Следовательно, по Данкверцу и Кишиневскому, при непрерывном обновлении элементов поверхности контакта фаз на поверхности идет нестационарный процесс диффузии. Следует признать, что взгляды Кишиневского более убедительны, так как при режиме развитой турбулентности, несомненно, в процессе диффузии будет играть большую роль турбулентная диффузия.

Представляет большой интерес попытка, предпринятая Кишиневским и его сотрудниками, оценить степень точности уравнений, вытекающих из пленочной теории и из теории обновления поверхности [103]*. Путем экспериментов было найдено, что в пределах точности опыта (20%) та и другая теория дают удовлетворительный результат, т. е. выводы обеих теорий совпадают с данными эксперимента.

Изложенные теории развивались на материале, относящемся к процессу абсорбции. Мы не останавливаемся здесь на математическом аппарате этих теорий, так как они еще далеки от практического приложения к процессу ректификации.

Более близки к практическому приложению взгляды, высказанные В. В. Кафаровым [104, 105, 106]. Кафаров считает пленочную теорию необоснованной и не способной объяснить явления массообмена в условиях развитой турбулентности на свободных поверхностях. По его мнению, при определенных гидродинамических условиях граница раздела фаз непрерывно разрывается, обновляется и при этом паровые или газовые вихри проникают в так же завихренную жидкость. Этот режим Кафаров называет режимом эмульгирования, и мы познакомимся с ним в предыдущих параграфах.

В условиях режима свободной турбулентности пленки отсутствуют и основную роль играет не молекулярная, а турбулентная диффузия.

В условиях турбулентного режима интенсивность массопердачи может быть оценена, по Кафарову, через гидродинамический фактор, который определяется из уравнения:

$$f = \frac{\Delta p_{г-ж} - \Delta p_{г}}{\Delta p_{г-ж}}. \quad (IV-17)$$

В этом уравнении $\Delta p_{г-ж}$ — перепад давлений в аппарате при наличии в нем жидкой фазы и при скорости газовой фазы, равной v ; $\Delta p_{г}$ — то же, для сухого аппарата при пропуске через него газа при той же скорости.

Увеличение перепада давления, очевидно, происходит потому, что часть энергии затрачивается на увеличение поверхности контакта и за счет обновления этой поверхности. Фактор f может быть выражен, по Кафарову, следующим уравнением:

$$f = A \left(\frac{L}{G} \right)^m \left(\frac{\gamma_{г}}{\gamma_{ж}} \right)^n \left(\frac{\mu_{ж}}{\mu_{г}} \right)^q. \quad (IV-18)$$

В этом уравнении: A , m , n , q — постоянные; L/G — отношение жидкостного и газового потоков; $\gamma_{г}$, $\gamma_{ж}$ — удельные веса и $\mu_{ж}$, $\mu_{г}$ — вязкость газа и жидкости.

* См. также М. Х. Кишиневский. Модель обновления или модель стационарного концентрационного поля. Ж. П. Х. Т. XXXIX. № 5, 1966.

Фактор динамического изменения поверхности позволяет использовать для исследования массопередачи в двухфазных потоках общезвестные уравнения:

$$Nu_r = A Re_r^n Pr_r^m \quad (IV-19)$$

или

$$Nu_{ж} = A_i Re_{ж}^{n_1} Pr_{ж}^{m_1}. \quad (IV-20)$$

Для того чтобы учесть динамическое воздействие движущихся потоков фаз, Кафаров предлагает записывать уравнения массопередачи в таком виде:

$$Nu_r = (1 + f) A Re_r^n Pr_r^m \quad (IV-21)$$

и

$$Nu_{ж} = (1 + f) A_i Re_{ж}^{n_1} Pr_{ж}^{m_1}. \quad (IV-22)$$

Некоторые другие исследователи, рассматривая вопрос о массопередаче при турбулентном режиме, использовали метод аналогии между гидродинамическими явлениями и массопередачей. Предложен ряд уравнений, в которых коэффициент массопередачи выражен через потерю напора или через коэффициент сопротивления. Сюда относятся уравнения Дытнерского [108], Аношина [109], Дильмана [110].

Принципиальные основы этого метода изложены в книге А. А. Гухмана [111].

ЛИТЕРАТУРА

- ✓ 1. Багатуров С. А. Курс теории перегонки и ректификации. Гостоптехиздат, 1954.
- ✓ 2. Перегонка. Под ред. А. Вайсберга. ИЛ, 1954.
3. Плановский А. Н., Касаткин А. Г. О способах выражения движущей силы диффузионных процессов. «Химическая промышленность», 1953, № 2.
- ✓ 4. Розенгарт М. И. Техника лабораторной перегонки и ректификации. Госхимиздат, 1951.
5. Стабников В. Н. «Химическая промышленность», 1955, № 7.
6. Бартнев Е. Н. Основы проектирования спиртовых заводов. Пищепромиздат, 1952.
7. Климовский Д. Н., Стабников В. Н. Технология спирта. Изд. 2-е. Пищепромиздат, 1955.
8. Вигдоров А. С., Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии» Т. XXXIII, 1960.
9. Кафаров В. В., Вигдоров А. С. «Журнал прикладной химии». Т. XXXIII, 1960.
10. Chilton, Colburn, Ind. and Eng. Chem., 27, 1953.
- ✓ 11. Багатуров С. А. Теория и расчет перегонки и ректификации. Гостопиздат, 1961.
- ✓ 12. Касаткин А. Г., Плановский А. Н., Чехов О. С. Расчет тарельчатых ректификационных и абсорбционных аппаратов. Стандартгиз, 1961.

13. Стабников В. Н. Механизм процесса ректификации и нормы проектирования ректификационных колонн. Диссертация КТИПП, 1940.
- ✓ 14. Кузнецов Н. М., Алексеев Е. Н., Забродский А. Г., Цоринов В. Л. Исследование работы брагоперегонных и ректификационных аппаратов. КХТИПП, 1935.
- ✓ 15. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
16. Мартыненко К. Д. Технологическое оборудование гидролизных и сульфитно-спиртовых заводов. Гослесбумиздат, 1956.
17. Стабников В. Н., Мелентьева И. С. «Спиртовая промышленность», 1958, № 1.
18. Стабников В. Н., Муравская О. Г. «Известия вузов. Пищевая технология», 1959, № 5.
19. Цыганков П. С. Труды КТИППа им. Микояна. Вып. 15, 1955.
20. Стабников В. Н., Егоров А. С., Висневская Г. Л. Труды УкрНИИСПа, № 6, 1960.
21. Романков П. Г., Носков А. А., Павлушенко И. С. Терминология и обозначения в курсе процессы и аппараты. Сб. «Вопросы массо-передачи». Госхимиздат, 1957.
22. Меликян Р. А. «Журнал прикладной химии». Т. XXX. Вып. 1, 1957.
23. Позин М. Е., Мухленов И. П., Тарат З. Я. «Журнал прикладной химии». Т. XXX. Вып. 1, 1957.
24. Меликян Р. А. «Журнал прикладной химии». Т. XXXI. Вып. 4, 1958.
25. Стабников В. Н. «Химическое машиностроение». Т. 7, № 1, 1938.
26. Стабников В. Н. Труды Воронежского химико-технологического института пищевой промышленности. Т. 3—4, 1939.
27. Стабников В. Н. Труды Воронежского химико-технологического института пищевой промышленности. Т. 3—4, 1939.
28. Каганский И. М., Большаков А. Г. Научные записки Одесского политехнического института. Т. 2. Вып. 1, 1954.
29. Шойхет Б. А., Большаков А. Г. Научные записки Одесского политехнического института. Т. 2. Вып. 2, 1954.
30. Усюкин И. П., Аксельрод Л. С. «Кислород», 1949, № 2.
31. Шуер А. М. «Кокс и химия». Т. 9, № 1, 1941.
32. Позин М. Е., Мухленов И. П., Тумаркина Е. С., Тарат З. Я. Пленный способ обработки газов и жидкостей. Госхимиздат, 1955.
33. Соломаха Г. П., Матрозов В. И. Исследование массообмена в газовой фазе на ситчатых тарелках. Исследование в области процессов и аппаратов химических производств. Московский институт химического машиностроения, М., 1957.
34. Чехов О. С. Массообмен и гидравлическое сопротивление колпачковых тарелок. Автореферат кандидатской диссертации. Институт химического машиностроения, 1959.
35. Бурова Г. В. Исследование процесса массопередачи на ситчатых ректификационных тарелках. Автореферат кандидатской диссертации. Ленинградский технологический институт им. Ленсовета, 1957.
36. Сийрдэ Э. К. Исследование процесса дистилляции с водяным паром. Автореферат докторской диссертации. Ленинградский технологический институт им. Ленсовета, 1957.
37. Дытнерский Ю. И., Александров И. И., Шейман В. И. и др. «Химическая промышленность», 1964, № 1.
38. Поплавский Ю. В. «Химическое машиностроение», 1960, № 5.
39. Мак-Алистер, Мак-Джиннис и Планк. Реферативный журнал «Химия». Ч. III, № 6, 1959, реф. 19652.
40. Носков А. А., Соколов В. Н. Труды Ленинградского технологического института им. Ленсовета. Вып. 39, 1957.
41. Соколов В. Н. Исследование гидродинамики ситчатых барботажных тарелок применительно к условиям ректификации. Автореферат канди-

- датской диссертации. Ленинградский технологический институт им. Менделеева, 1953.
42. Азизов Ю. И., Маминов О. В. Труды Казанского химико-технологического института. Вып. 35, 1965.
 43. Азизов Ю. И. Гидродинамика ячеистой пены. Автореферат диссертации. Казанский химико-технологический институт, 1967.
 44. Меликян Р. А. «Журнал прикладной химии». Т. XXIX. Вып. 12, 1956.
 45. Позин М. Е. Массопередача в системе газ—жидкость при пенном режиме. Сб. «Вопросы массопередачи». Госхимиздат, 1957.
 46. Классен В. И. Вопросы теории аэрации и флотации. Госхимиздат, 1949.
 47. Смирнов Н. И., Полюта С. Б. «Журнал прикладной химии». Т. XXI. Вып. 11, 1948.
 48. Смирнов Н. И., Полюта С. Б. «Журнал прикладной химии». Т. XXII. Вып. 11, 1949.
 49. Виткина М. П. «Журнал прикладной химии». Т. XXIV. Вып. 10, 1951.
 50. Huges R. R., Handlas A. E., Evans H. D., Maucosck R. Z. Chem. Eng. Progress. Vol. 51, 12, 1955.
 51. Аксельрод Л. С., Дильман В. В. «Журнал прикладной химии». Т. XXVII. Вып. 5, 1954.
 52. Великанов М. А., Зегжда А. П. Равномерное движение шара в жидкости. 1929.
 53. Allen, Philos. Magazin, Vol. 50, 1900.
 54. Bowers, Journ. Appl., Chem. Vol. 5, 10, 1955.
 55. Скобло А. И., Сюй Вэнь-юань. «Химия и технология топлива», 1956, № 10.
 56. Аношин И. М. Исследование аппаратов с ситчатыми тарелками для ректификации спирта. Автореферат кандидатской диссертации. Московский технологический институт пищевой промышленности, 1952.
 57. Большаков А. Г. Научные записки Одесского политехнического института. Т. 2, Вып. 2, 1954.
 58. Аксельрод Л. С., Юсова Т. М. «Журнал прикладной химии». Т. XXX. Вып. 5, 1957.
 59. Родионов А. И., Кашников А. М., Радиковский В. М. «Химическая промышленность». 1964, № 10.
 60. Родионов А. И., Кашников А. М., Радиковский В. М. Труды Московского химико-технологического института им. Д. И. Менделеева. Вып. 47, 1964.
 61. Родионов А. И., Кашников А. М., Радиковский В. М. «Журнал прикладной химии». Т. XXXVIII. Вып. 1, 1965.
 62. Кашников А. М. Исследование поверхности взаимодействия фаз и массоотдачи в жидкой фазе на барботажных тарелках. Московский химико-технологический институт им. Д. И. Менделеева. Автореферат диссертации.
 63. Дильман В. В. Теоретические основы химической технологии. Т. I. № 4, 1967.
 64. Мухленов И. П. «Журнал прикладной химии». Т. XXX. Вып. 12, 1957.
 65. Кузьминых И. Н. «Химическая промышленность», 1950, № 8.
 66. Кузьминых И. Н., Салтанова В. П. «Химическая промышленность», 1952, № 7.
 67. Родионов А. И. Массопередача на ситчатых тарелках при различных наклонах. Автореферат кандидатской диссертации. Московский институт химической технологии им. Д. И. Менделеева, 1954.
 68. Кузьминых И. Н., Коваль Ж. А. «Журнал прикладной химии». Т. XXVIII. Вып. 1, 1953.

69. Стабников В. Н., Цыганков П. С., Николаев А. П., Гайбаренко В. Г. Труды Киевского технологического института пищевой промышленности. Вып. 23, 1960.
70. Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии». Т. XXVIII. Вып. 12, 1955.
71. Кафаров В. В. Новые пути анализа и моделирования диффузионных процессов. Сб. «Вопросы массопередачи». Госхимиздат, Л., 1957.
72. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. Госхимиздат, 1955.
73. Плановский А. Н., Кафаров В. В. «Химическая промышленность», 1946, № 4.
74. Шахов Ю. А., Носков А. А., Романков П. Г. «Журнал прикладной химии». Т. XXXVII, 1964.
75. Шахов Ю. А., Носков А. А., Романков П. Г. «Процессы химической технологии». Изд-во «Наука», 1965.
76. Шахов Ю. А., Носков А. А., Романков П. Г. Тезисы докладов научно-технической конференции Ленинградского технологического института им. Ленсовета, 1963.
77. Шахов Ю. А., Носков А. А., Романков П. Г. Тезисы научно-технической конференции Ленинградского технологического института им. Ленсовета, 1964.
78. Шахов Ю. А. Исследование границ между пенным и инжекционным режимом на ситчатых тарелках. Автореферат диссертации. Ленинградский технологический институт имени Ленсовета, 1966.
79. Касаткин А. Г., Дытнерский Ю. И., Умаров С. У. «Химическая промышленность», 1958, № 3.
80. Чехов О. С., Матрозов В. И. Исследование массообмена на колпачковых тарелках. Сб. «Исследования в области процессов и аппаратов химических производств». Московский институт химического машиностроения, 1957.
81. Кафаров В. В., Муравьев В. С. «Журнал прикладной химии». Т. XXXIII, 1959.
82. Кафаров В. В., Трофимов В. И. «Журнал прикладной химии». Т. XXX, 1957.
83. Кафаров В. В. Научные доклады высшей школы. «Химия и химическая технология», 1958, № 3.
84. Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии». Т. XXX, 1957.
85. Кафаров В. В. Научные доклады высшей школы. «Химия и химическая технология», 1958, № 1.
86. Кафаров В. В., Дытнерский Ю. И. «Журнал прикладной химии», Т. XXX, 1957.
87. Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии». Т. XXVIII. Вып. 2, 1955.
88. Кафаров В. В. «Химическая наука и промышленность». Т. II, № 1, 1957.
89. Стабников В. Н., Цыганков П. С. «Спиртовая промышленность», 1956, № 2.
90. Николаев А. П. Труды Киевского технологического института пищевой промышленности. Вып. 6, 1956.
91. Аксельрод Л. С., Матрозов В. И. «Химическая промышленность», 1952, № 8.
92. Lindsey E. E., Kiefer I. M., Huffine C. L. Ind. Eng. Chem. Vol. 44, 1, 1952.
93. Rose A., Ind. Eng. Chem. Vol. 28, 10, 1936.
94. Lewis W. K., Whitman W. G. Ind. Eng. Chem. Vol. 16, 1924.
95. Левич В. Г. Физико-химическая гидродинамика. Изд. АН СССР, 1952.
96. Стабников В. Н. Ректификационные аппараты. Изд-во «Машиностроение», 1965.
97. Стабников В. Н. «Химическое машиностроение». 1937, № 2.

98. Danckwerts P. V., Trans. Farad. Soc. Vol. 46, 1950.
99. Danckwerts P. V. Ind. Eng. Chem. Vol. 43, 6, 1951.
100. Кишиневский М. Х., Памфилов А. В. «Журнал прикладной химии». 1949, № 11.
101. Кишиневский М. Х. «Журнал прикладной химии», 1951, № 24.
102. Кишиневский М. Х. «Журнал прикладной химии», 1955, № 9.
103. Армаш А. С. Исследование кинетики абсорбции, сопровождающейся химической реакцией второго порядка. Автореферат диссертации. Черновикский Государственный университет, 1966.
104. Кафаров В. В. Труды научно-методической конференции. Сб. «Вопросы массопередачи». Госхимиздат. 1957.
105. Кафаров В. В. Доклады АН СССР, № 4, 1957.
106. Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии», 1958, № 5.
107. Плановский А. Н. и др. Гидродинамика и массопередача в тарельчатых ректификационных аппаратах. Доклад на II Всесоюзной межвузовской конференции по ректификации. Баку, 1966.
108. И. М. Аношин, Н. П. Рябченко, Д. О. Омурзаков. Известия высших учебных заведений. Пищевая технология. № 5, 1965.
109. Ю. И. Дытнерский. Исследование гидравлики, массо- и теплообмена в тарельчатых аппаратах. Автореферат диссертации. МИХМ, 1968.
110. В. В. Дильман. Теоретические основы химической технологии. Т. 1, № 4, 1967.
111. А. А. Гухман. Применение теории подобия к исследованию процессов тепло-массообмена. М., Изд-во «Высшая школа», 1967.

МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ И ИХ ОПТИМИЗАЦИЯ

Проблема моделирования ректификационных аппаратов еще недостаточно разработана. Как известно, под моделью какого-либо явления понимают «мысленно представляемую или материально реализованную систему, которая, отображая или воспроизводя объект исследования, способна заменить его так, что ее изучение дает нам информацию об этом объекте» [1].

Математические модели ректификационного аппарата, относящиеся к категории «мысленных», интенсивно разрабатываются в настоящее время. Задача математической модели заключается в том, чтобы составить систему уравнений, которая давала бы связь между всеми факторами, влияющими на работу аппарата, и результатами его работы (качество и количество продукта). Задача материального (или физического) моделирования заключается в том, чтобы, пользуясь теорией подобия, построить модель малого размера, исследование которой даст информацию о работе образца. В настоящей главе мы рассмотрим вопрос о физическом (материальном) моделировании ректификационных аппаратов.

Вопрос о физическом моделировании аппаратов для ректификации возникает в двух случаях: при необходимости исследовать новую конструкцию контактного устройства либо проверить новую сложную технологическую схему, запроектированную для перегонки той или иной сложной смеси.

Несмотря на большую актуальность этих вопросов, нельзя сказать, что в настоящее время на них имеются достаточно удовлетворительные ответы.

Рассмотрим некоторые попытки, предпринятые различными авторами для решения поставленных выше вопросов.

§ 1. ФИЗИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ТАРЕЛЬЧАТЫХ АППАРАТОВ С КОЛПАЧКОВЫМИ ТАРЕЛКАМИ

Одной из первых работ, выполненных в этом направлении, была работа автора [2]. В ней рассматривались условия подобия на тарельчатых аппаратах с колпачковыми тарелками. Во-

прос этот изучался методом анализа размерностей величин, определяющих гидродинамическую картину процессов, идущих на тарелках и между тарелками аппарата.

Для осуществления полного кинематического подобия необходимо создать подобные поля для явлений пенообразования и брызгоуноса, т. е. задача заключается в создании подобных условий межфазного обмена или же, иначе говоря, подобных условий для осуществления процесса образования поверхности контакта [3].

Автором было принято [3], что решающую роль в процессе диффузии играет именно вновь образующаяся поверхность, а не общая поверхность контакта между фазами, как это предполагалось ранее другими авторами. Позднее и с других позиций этот взгляд получил развитие в работах Кишиневского, Данкверца, согласно исследованиям которых, в процессе массообмена наибольшая скорость диффузии достигается именно в момент формирования межфазной поверхности [4]. Это покажется ясным, если мы учтем, что при обнажении новых слоев жидкости мы приводим в контакт свежие, еще не участвовавшие в процессе диффузии элементы. Будем выражать количественно эту новую площадь через $F \text{ м}^2/(\text{сек} \cdot \text{кг})$, иначе говоря, будем находить площадь, возникающую на каждый килограмм пара, поступающего в секунду.

Метод анализа размерности должен дать общий вид критериального уравнения, определяющего величину F и, следовательно, выявить те безразмерные комплексы, равенство которых определяет подобие условий возникновения новой поверхности контакта.

Основной предпосылкой правильного решения задачи является правильный отбор тех факторов, которые влияют на интересующую нас величину.

Экспериментальное изучение явлений, происходящих в межтарелочном пространстве, показывает, что на F влияют те факторы, которые определяют характер движения пара в межтарелочном пространстве. Эти условия вполне определяются условиями гидродинамического подобия, в том числе критерием Рей.

В этот критерий входят: скорость пара w , ширина паровыпускного отверстия l , удельный вес пара $\gamma_{\text{п}}$, его вязкость $\eta_{\text{п}}$. Кроме того, F определяется факторами, влияющими на пенообразующую способность флегмы и на унос. К ним относятся: удельный вес жидкости $\gamma_{\text{ж}}$, ее вязкость $\nu_{\text{ж}}$ и поверхностное натяжение σ , характеристика устойчивости пены ω , высота межтарелочного пространства H , флегмовое число v .

Остановимся на значении величины ω . Количественная характеристика ее довольно неопределенна. Выберем в качестве характеристики прочности скорость исчезновения пены в $\text{м}^3/\text{сек}$ (объемная коагуляция пены). Относя объемную коагуляцию к

ее поверхности в m^2 , получим линейную скорость коагуляции ω м/сек. Эту величину мы будем принимать за меру устойчивости пены.

Исходя из изложенного, можно написать

$$F = \Phi(\text{Re}_n, \gamma_{\text{ж}}, \omega, \nu_{\text{ж}}, H, \nu). \quad (V-1)$$

Допустим, что зависимость (V-1) может быть выражена уравнением в следующей форме:

$$F = C \text{Re}_n^\beta \gamma_{\text{ж}}^k \omega^l \sigma^m \nu_{\text{ж}}^n H^p \nu^y. \quad (V-2)$$

Выпишем размерность всех величин, входящих в это уравнение:

$$\begin{aligned} F &= [m^2/(\text{сек} \cdot \kappa\Gamma)]; & \text{Re}_n &= 0; \\ \gamma_{\text{ж}} &= [\kappa\Gamma/m^3]; & \omega &= [m/\text{сек}]; \\ \sigma &= [\kappa\Gamma/m]; & \nu_{\text{ж}} &= [m^2/\text{сек}]; & \nu &= 0; & H &= [m]. \end{aligned}$$

Сравнивая показатели, входящие в уравнение единиц измерения, составляем три уравнения:

$$\text{для показателей длины } 2 = -3k + l - m + 2n + p;$$

$$\text{для показателей времени } -1 = -l - n \text{ или } 1 = l + n;$$

$$\text{для показателей силы } -1 = k + m.$$

В качестве независимых переменных выбираем k, l, β, y . Выражаем через них все прочие. Получим:

$$m = -k - 1; \quad n = 1 - l; \quad p = 2k + l - 1.$$

Мы имеем теперь:

$$F = C \text{Re}_n^\beta \gamma_{\text{ж}}^k \omega^l \sigma^{-k-1} \nu_{\text{ж}}^{1-l} H^{2k+l-1} \nu^y.$$

Составив безразмерные комплексы, получим:

$$\frac{F\sigma H}{\gamma_{\text{ж}}} = C \left(\frac{\gamma_{\text{ж}} H^2}{\sigma} \right)^k \left(\frac{\omega H}{\nu_{\text{ж}}} \right)^l \text{Re}_n^3 \nu^y. \quad (V-3)$$

Таким образом, условия гидродинамического подобия в межтарелочном пространстве, согласно изложенному, должны быть следующими:

$$\text{Re}_n = \text{idem}; \quad \left(\frac{\gamma_{\text{ж}} H^2}{\sigma} \right) = \text{idem}; \quad \left(\frac{\omega H}{\nu_{\text{ж}}} \right) = \text{idem}; \quad \nu = \text{idem}.$$

Для выхода пара из щелей должно быть соблюдено равенство:

$$\text{Re}_n = \text{idem}.$$

Из выведенных выше уравнений подобия вытекает интересное заключение о моделировании ректификационных аппаратов. Предположим, что моделирование проводится с использованием в модели той же системы, что и в образце.

Для соблюдения условий подобия должны быть осуществлены равенства:

$$\left(\frac{\gamma_{ж} H^2}{\sigma}\right) = \text{idem}; \quad \left(\frac{\omega H}{\gamma_{ж}}\right) = \text{idem}.$$

Если и в образце, и в модели мы имели дело с той же системой, то:

$$\omega_{обр} = \omega_{мод}; \quad \gamma_{ж\text{ обр}} = \gamma_{ж\text{ мод}}; \quad \gamma_{ж\text{ обр}} = \gamma_{ж\text{ мод}}; \quad \sigma_{обр} = \sigma_{мод}.$$

Отсюда вывод: выполнение условий, написанных выше, возможно только в том случае, если H — расстояние между тарелками — и в образце и в модели одинаково.

Так как при моделировании ректификационных аппаратов почти всегда исследуют ту же систему, что и в образце, то отсюда вытекает основное правило моделирования ректификационных аппаратов тарельчатого типа: при моделировании ректификационных аппаратов тарельчатого типа расстояние между тарелками модели и образца остается постоянным.

Несоблюдение этого положения ведет к неправильным выводам из результатов опытов.

Но если при моделировании ректификационных аппаратов расстояние между тарелками не изменяется, то часто теряется смысл и в изменении других размеров контактных устройств, особенно при исследовании многоколпачковых тарелок. Поэтому при исследовании колонн прибегают к методу, который получил наименование метода «вертикальной вырезки». В этом случае устанавливают в модели колпачки нормального размера, но в меньшем количестве, чем в образце, расстояние же между тарелками оставляют без изменения.

Исследователь при этом выигрывает в расходе на сооружение аппарата и в эксплуатационных расходах при испытании контактного устройства.

Однако следует иметь в виду, что увеличение диаметра колонны при всех прочих равных условиях всегда ведет к уменьшению эффективности контактного устройства. Это положение давно замечено практиками. Оно объясняется ухудшением гидродинамических условий работы больших колонн по сравнению с малыми.

В больших колоннах, имеющих тарелки с перекрестным потоком пара и жидкости, эта неравномерность может быть вызвана падением уровня жидкости при течении ее по тарелке.

В тарелках противоточного типа (провальных) этой причины неравномерности нет. Однако как в тех, так и в других тарелках с увеличением диаметра тарелок возникает вероятность нарушения равномерности распределения потоков по сечению

тарелки [5, 6]. Эта неравномерность получила наименование «поперечной неравномерности».

В аппаратах, снабженных тарелками с направленным потоком пара (чешуйчатые, ударно-распылительные), весьма сильно сказывается пристенный эффект.

Все это ведет к тому, что при испытании колони в малом масштабе получают более высокую эффективность, чем в аппарате крупных производственных размеров. Поэтому при испытании контактных устройств нового типа желательнее проведение испытаний на установках, приближающихся по размерам к производственным. Вопрос о допустимой степени уменьшения модели, по-видимому, должен решаться для каждого типа тарелок особо.

§ 2. ФИЗИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ СИТЧАТЫХ КОЛОНН

И. М. Аношин [7, 8] в работе, посвященной исследованию ректификационных аппаратов с ситчатыми тарелками, предпринял попытку составить критерии подобия для процесса на тарелках.

За основу было взято исходное положение автора о том, что эффективность процесса диффузии определяется величиной вновь образуемой поверхности контакта $F \text{ м}^2/(\text{кг} \cdot \text{сек})$.

Однако основное уравнение, записанное в общей форме, у Аношина выглядит несколько иначе, а именно:

$$F = \varphi [\omega_0, \rho_{\text{п}}, \sigma_{\text{ж}}, (\gamma_{\text{ж}} - \gamma_{\text{п}}), (H - h), \beta]. \quad (\text{V-4})$$

В этом уравнении:

ω_0 — скорость пара в отверстиях ситчатой тарелки, м/сек ;

$\rho_{\text{п}}$ — плотность пара, $\text{кг} \cdot \text{сек}^2/\text{м}^4$;

$\sigma_{\text{ж}}$ — поверхностное натяжение жидкости, кг/м ;

$(\gamma_{\text{ж}} - \gamma_{\text{п}})$ — разность удельных весов жидкости и пара, кг/м^3 ;

H — расстояние между тарелками, м ;

h — статическая глубина барботажа;

$\beta = T/d$ — соотношение расстояния между отверстиями к диаметру их.

Применяя метод анализа размерностей, Аношин нашел следующие комплексы, характеризующие подобие процесса на ситчатых тарелках:

$$\frac{F(H-h)^2(\gamma_{\text{ж}} - \gamma_{\text{п}})}{\omega_0} ; \frac{(\gamma_{\text{ж}} - \gamma_{\text{п}})(H-h)^2}{\sigma_{\text{ж}}} ; T/d. \quad (\text{V-5})$$

Эти критерии характеризуют гидродинамические явления в межтарелочном пространстве.

Обращает на себя внимание то обстоятельство, что в приведенные выше комплексы не входят величины, характеризую-

щие способность к пенообразованию и пеностойкость в рассматриваемой системе. Сомнительно также, что вязкость жидкости не нашла места в выражениях для найденных комплексов.

Г. К. Дьяконов [9], изучая критерии пенообразования, установил, что на процесс пенообразования при барботаже влияют следующие факторы: характерный линейный размер аппарата d , высота подъема пузырьков газообразной фазы H_0 , коэффициент внутреннего трения μ , характерная скорость v , плотность жидкости ρ_1 , плотность газообразной среды ρ_2 , ускорение силы тяжести g , напряжение зеркала пенообразования E , статическая устойчивость пены τ (две последние величины связаны с пенообразующей способностью): E — линейная скорость выхода газообразной фазы (пены) с поверхности; τ — устойчивость пены в статических условиях.

Таким образом, Дьяконов полагал необходимым включить в число факторов, определяющих гидродинамику пенообразования, также и факторы, характеризующие пеностойкость. Критериальные уравнения Аношина довольно хорошо соответствуют экспериментальным данным. Это, по-видимому, говорит о том, что в пределах исследованных им систем (водно-спиртовые растворы) влияние факторов пенообразования невелико и не сказывается значительно.

Вместе с тем, анализируя критерии, выведенные Аношиным, можно сделать то же заключение, что мы сделали и ранее, т. е., что при моделировании процесса ректификации с применением той же системы, что и в образце, мы вынуждены сохранить в модели то же расстояние между тарелками H , что и в образце. Точнее говоря, должна быть одинакова разность $(H-h)$, что дает некоторую незначительную возможность уменьшения размеров аппарата.

Таким образом, рассматривая работу Аношина, мы приходим также к идее построения модели, как «вертикальной вырезки» из большого аппарата, с сохранением величины H , одинаковой как в образце, так и в модели.

§ 3. МОДЕЛИРОВАНИЕ НАСАДОЧНЫХ КОЛОНН

В. В. Кафаров на основании исследования работы насадочных колонн вывел простые соотношения для нахождения размеров модели, если заданы размеры образца [10].

Для диаметров колонн:

$$\frac{D_1}{D_2} = \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2} \right)^{0,25} \left(\frac{F_{c_1}}{F_{c_2}} \right)^{0,75}, \quad (V-6)$$

где D_1 и D_2 — диаметры колонны образца и модели, m ;
 σ_1 и σ_2 — удельные поверхности насадки в образце и в модели, m^2/m^3 ;

F_{c_1} и F_{c_2} — свободное сечение (свободный объем) насадки в образце и в модели, m^2/m^2 .

Для нахождения высоты колонны и модели можно воспользоваться следующим отношением:

$$\frac{h_1}{h_2} = \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \right)^{1,3} \left(\frac{F_{c_2}}{F_{c_1}} \right)^{1,3} \quad (V-7)$$

Здесь h_1 и h_2 — эквивалентные высоты насадки для образца и модели. Эквивалентной называется высота насадки, соответствующая одному теоретическому контакту.

Зная h_1 для образца, по уравнению (V-7) легко найти h_2 для модели. Умножая найденное h_2 на число теоретических контактов, необходимых для осуществления перегонки в заданных пределах, получим высоту модели.

Для определения перепадов давления в модели и образце служит уравнение:

$$\frac{\Delta P_1}{\Delta P_2} = \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2} \right)^{0,3} \left(\frac{F_{c_2}}{F_{c_1}} \right)^{0,3} \quad (V-8)$$

В этом уравнении ΔP_1 и ΔP_2 — перепад давления в образце и в модели.

Предложенные уравнения позволяют определить основные размеры модели, если известны характеристики насадочной колонны-образца.

§ 4. МОДЕЛИРОВАНИЕ СЛОЖНЫХ АППАРАТУРНЫХ СХЕМ РЕКТИФИКАЦИИ

Другого рода задача стоит перед исследователем в том случае, когда необходимо соорудить модель производственного аппарата, состоящего из ряда колонн, чтобы проверить технологические результаты его работы. В этом случае, конечно, можно пойти по пути создания полной модели по методу «вертикальной вырезки».

Но это, особенно при сложных многоколонных аппаратах, обходится дорого. Так как по заданию мы не должны в этом случае получить полную аналогию процессов в аппарате, а только одинаковый конечный результат, то мы можем воспользоваться другим принципом моделирования, который может быть назван моделированием по принципу «равной эффективности».

Согласно этому принципу, мы не стремимся к моделированию гидродинамических и диффузионных процессов, но добиваемся только одинаковой эффективности в отдельных колоннах, из которых состоит сложный аппарат, независимо от конструкции модели.

Для того же, чтобы эффективность в образце и модели имела одинаковое значение, необходимо, чтобы соответственные колонны образца и модели содержали одинаковое число теоретических контактов или одинаковое число единиц переноса.

При этом не обязательно моделировать тарельчатые колонны при помощи тарельчатых моделей. В данном случае можно в качестве моделей использовать равно эффективные насадочные колонны. Отпадает также необходимость в равенстве флегмовых чисел в образце и в модели.

Такое моделирование, разумеется, не является тем моделированием, принципы которого разработаны теорией подобия. Это моделирование может быть названо технологическим. Однако при достаточно точном знании числа теоретических контактов (тарелок) в образце мы можем получить достаточно точную технологическую модель.

Допустим, что в качестве модели служит насадочная колонна с весьма эффективной насадкой¹. Нам должна быть известна высота этой насадки, эквивалентная одному теоретическому контакту (h мм) при условиях, подобном условиям работы образца, т. е. при том же количественном соотношении жидкой и паровой фаз.

Тогда высота насадки в колонне модели будет равной hz мм, где z — число теоретических контактов образца.

Дефлегматор колонны модели должен обеспечить находимый расчетом жидкий обратный поток.

Технологическое моделирование является, разумеется, приближенным, но оно может дать некоторые материалы для суждения при оценке новой, предлагаемой для разгонки сложной смеси, схемы. Оно может также дать представление о влиянии тех или иных факторов на работу аппарата, если мы не хотим ставить такие опыты в производственном масштабе.

§ 5. ЗАДАЧИ ОПТИМИЗАЦИИ

Проблема оптимизации ректификационных аппаратов может быть поставлена в двух аспектах: проектном и эксплуатационном. В первом случае, при проектировании, задача оптимизации заключается в том, чтобы выбрать такой вариант, при котором величина, характеризующая работу аппарата (оптимизируемая величина), имела оптимальное значение. Так, если в качестве критерия для оценки работы проектируемого аппарата выбирается себестоимость продукции, то перед проектировщиками

¹ Следует иметь в виду, что при ректификации многокомпонентных систем насадочная колонна при одинаковом числе теоретических контактов может дать несколько иной состав продукта и остатка, чем тарельчатая колонна. На это нам указывает Багатуров [11].

ставится задача — спроектировать аппарат с такими данными, которые обеспечат минимум себестоимости декалитра спирта с заданными показателями.

Если же решается задача — оптимизировать работу действующего аппарата, то перед исследователем стоит вопрос о выборе оптимального варианта работы, при котором (если пользоваться тем же критерием оценки) себестоимость декалитра спирта будет минимальной.

Проблема оптимизации ректификационных аппаратов не нова. Попытки в этом направлении предпринимались неоднократно [12, 13], однако только после развития машинной вычислительной техники появилась реальная возможность разрешить вопрос об оптимизации как в проектном, так и в эксплуатационном разрезе. В настоящее время проблема оптимизации ректификационных аппаратов спиртовой промышленности разрабатывается в ряде научных учреждений Союза.

Главнейшими этапами оптимизации являются выбор критерия оптимизации и составление математической модели ректификационной колонны.

В качестве критерия оптимальности ректификационной колонны может быть выбрана себестоимость продукции, производственные затраты, время окупаемости. Имеются также предложения о введении комплексных критериев оптимальности [14]. В указанной работе в качестве критерия оптимальности (целевой функции управления) предлагается функция $E = \alpha_1 f_1 - \alpha_2 f_2$, где f_1 и f_2 — функции, описывающие разделительную способность колонны и энергетические затраты, необходимые для разделения при заданных условиях, α_1 и α_2 — коэффициенты.

При оптимальных условиях работы колонны величина E должна иметь максимальное значение.

Однако чаще всего в качестве критерия оптимальности выбирается величина себестоимости продукции, которая должна в оптимальном случае иметь минимальное значение.

Вторая задача — составление математической модели колонны — наиболее сложная. Математическая модель колонны (или другого объекта) образуется при помощи некоторой системы математических выражений, которые отображают свойства объекта, проявляемые им в экспериментальных или производственных условиях. Иначе говоря, математическая модель является математическим описанием взаимосвязи параметров, влияющих на работу колонны.

Математическая модель колонны (или другого объекта) может быть получена различными способами. Основным и наиболее общим методом является экспериментальное изучение процессов, идущих в аппарате, и составление на основе этого изучения системы уравнений, дающих взаимосвязь параметров.

Такой путь, например, использован В. Н. Кривсуном для составления математического описания тарельчатой ректификационной колонны для разделения бинарных смесей [15, 16]. Полученные уравнения приложимы для любой тарельчатой колонны.

Второй путь получения математического описания может быть назван локальным математическим моделированием. Он заключается в следующем: на исследуемой колонне проводят замеры параметров ее работы. Для бражной колонны, например, определяются: концентрация спирта в бражке, температура бражки, расход бражки, расход пара на перегонку, концентрация спирта в дистилляте, концентрация спирта в остатке [17, 18].

Полученные опытные данные обрабатывают на электронной цифровой вычислительной машине по методу множественной регрессии, в результате чего получают зависимости между исследуемыми параметрами, т. е. получают математическую модель данной колонны, отражающую ее свойства в пределах заданных величин параметров.

Если исследуемая колонна типизирована, то данная модель будет представлять собой модель любой колонны данного типа.

Выбрав критерий оптимальности и имея математическую модель колонны, мы можем исследовать вопрос об оптимальных условиях ее работы.

Следует сказать, что решение вопроса об оптимальности ректификации может быть проведено и без вычислительной техники, однако в этом случае требуется большая затрата труда исследователя.

§ 6. ОПТИМИЗАЦИЯ РАБОТЫ БРАЖНОЙ КОЛОННЫ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА

Бражная колонна может с некоторой погрешностью рассматриваться как колонна, работающая с бинарной смесью этанол — вода. Поэтому изучение условий ее оптимизации облегчается. Вследствие этого она служила объектом исследования в первую очередь. Вопрос об уравнении связи между параметрами процесса перегонки исследован в работах сотрудников КТИППа [19, 20, 21].

Общее уравнение связи для бражной колонны с определенным числом теоретических тарелок имеет следующий вид

$$f(P, x_{6p}, t_{6p}) = 0. \quad (V-9)$$

Здесь P — расход пара, кг/дал спирта, поступающего на перегонку;

t_{6p} — температура подаваемой на перегонку бражки, °С;

x_{6p} — содержание спирта в бражке, % мас.

Другие параметры работы колонны: содержание спирта в дистилляте и в барде, количество дистиллята и барды, — являются зависимыми и в уравнение (V—9) не входят [19]. Расчетным путем было получено уравнение связи [21].

$$P = \frac{C}{x_{бр}^{0,85} t_{бр}^{0,34}} \text{ кг/дал.} \quad (\text{V—10})$$

В этом уравнении величина C является функцией числа теоретических тарелок n ; значение ее дано ниже.

Значения коэффициента C в уравнении (V-10)

n	8	9	10	11	12
C	537	515	492	462	457

Уравнение (V—10) выведено при условии, что коэффициент избытка пара равен 1,05, $x_{бр}$ колеблется в пределах от 5 до 10% об., а $t_{бр}$ — от 60°С до температуры кипения.

Для целей автоматизации управления колонной уравнение (V—10) неудобно тем, что в него входит концентрация спирта в бражке. Для определения этой величины не имеется надежного и удобного датчика. Поэтому уравнение (V—10) было преобразовано таким образом, чтобы исключить величину $t_{бр}$ [21]. В преобразованном виде уравнение выглядит так:

$$P_1 = A \frac{Gh^{1,21}}{t_{бр}^{0,17} t_{кип}^{3,07}} \text{ кг/ч.} \quad (\text{V—11})$$

Здесь P_1 — расход пара, кг/ч;

G — расход бражки, дал/ч;

h — абсолютное давление над верхней тарелкой, ата;

$t_{кип}$ — температура кипения бражки на верхней тарелке, °С.

Величина A зависит от числа теоретических тарелок и находится из приводимой ниже таблицы.

Значения коэффициента A в формуле (V-11)

n	8	9	10	11	12
A	$22,63 \cdot 10^4$	$22,08 \cdot 10^4$	$20,92 \cdot 10^4$	$19,98 \cdot 10^4$	$19,65 \cdot 10^4$

Уравнения (V—10) и (V—11) позволяют провести анализ работы колонны и выбрать оптимальный вариант ее работы.

Пользуясь ими, А. П. Николаев и П. С. Цыганков [20] исследовали вопрос об оптимальном варианте работы бражной

колонны. В качестве критерия оптимальности ими был выбран экономический критерий — суммарная стоимость перегонки, которая складывается из затрат на амортизацию, стоимости пара и стоимости спирта, теряемого с бардой. В результате подсчетов они пришли к выводу, что для обеспечения наименьшей стоимости перегонки бражные колонны должны работать при минимально допустимом расходе греющего пара и температуре бражки, близкой к температуре кипения ее. Число тарелок при этом должно быть взято таким, чтобы обеспечить содержание спирта в барде не более 0,001% об. При температуре бражки 85° С колонна должна иметь не менее 13,3 теоретических тарелок.

В. А. Домарецкий [18] подошел к вопросу оптимизации бражной колонны другим путем — статистическим. Для получения статистических данных о процессе в бражной колонне была сооружена полупромышленная установка, на которой проведена экспериментальная перегонка бражки. В процессе эксперимента изменялись следующие параметры: концентрация спирта в бражке (x_M), температура бражки t_M , расход бражки (M , кг/ч), расход пара на перегонку (P , кг/ч). В зависимости от этих параметров находятся концентрация спирта в дистилляте (y_D % мас.) и концентрация спирта в остатке (x_0 % мас.). При этом накладывается ограничение

$$x_0 < 0,015\% \text{ мас.}, y_D < 60\% \text{ мас.}$$

Полученные данные были обработаны на электронной цифровой машине по методу множественной регрессии, в результате чего получены следующие уравнения связи:

$$y_D = 28,15 + 3,694(x_M - 5,87) - 0,2749(t_M - 63,75) - 0,8897(P - 35,93) + 0,2766(M - 128,9) \text{ \% мас.} \quad (V-12)$$

$$x_0 = 1,02 \cdot 10^{-2} + 1,7 \cdot 10^{-3}(x_M - 5,87) - 2 \cdot 10^{-4}(t_M - 63,75) - 1,3 \cdot 10^{-3}(P - 35,93) + 3 \cdot 10^{-4}(M - 129) \text{ \% мас.} \quad (V-13)$$

Эти уравнения являются математической моделью бражной колонны, полученной статистическим методом. При заданном значении x_0 совместное решение уравнений (V-12) и (V-13) позволяет определить расход пара P_1 , что в свою очередь позволит провести математический анализ и найти оптимальный режим.

Поскольку опыты были проведены на полупроизводственной установке, уравнения (V-12) и (V-13) могут быть применены для производственной колонны лишь постольку, поскольку эта установка является физической моделью производственной

бражной колонны. Более надежны были бы эти уравнения в том случае, если бы опыты были проведены непосредственно на производственном аппарате.

На основе полученных уравнений может быть проведена оптимизация работы колонны.

В качестве критерия оптимальности и в этой работе выбран экономический показатель стоимости выработки на колонне 1 дал безводного спирта. При этом учитываются три фактора: расход пара, потери спирта с бардой и амортизационные отчисления. Дальнейшая работа по поиску оптимального варианта может быть проведена как «вручную», так и на вычислительной машине.

Подсчеты, выполненные В. А. Домарецким на машине «Проминь», показали, что общая стоимость получения 1 дал безводного спирта на бражной колонне определяется в основном стоимостью пара.

Снижение потерь спирта в барде требует повышения расхода пара. Поэтому нецелесообразно добиваться уменьшения содержания спирта в барде ниже регламентированного, так как это удорожает стоимость продукции за счет увеличения расхода пара.

Анализ показал также, что температура бражки должна быть близкой к температуре кипения ее, а концентрация спирта в бражке — возможно большей.

Автор нашел, что при наличии в колонне 17 реальных тарелок и концентрации спирта в остатке в пределах от 0,0126 до 0,021% об. стоимость выработки спирта будет минимальной.

Мы остановились подробно на оптимизации бражной колонны брагоректификационного аппарата, поскольку эта колонна была объектом уже опубликованных исследований. В отношении эшюрационной и ректификационной колонн такая работа еще не проведена. По-видимому, задача здесь будет более сложной, поскольку для этих колонн мы не можем ограничиться рассмотрением процесса разделения бинарной системы. Критерий оптимальности для этих колонн должен быть связан с качеством получаемого продукта. По-видимому, он должен, кроме того, включать оценку тепловых расходов, потерь спирта в отходах и амортизационных расходов. Трудности, возникающие при этом, вероятно, легче всего преодолеть путем составления статистической математической модели. Эта математическая модель может быть получена при экспериментировании на физической модели производственного аппарата или же, что значительно труднее, непосредственно на производственном аппарате.

Такие работы в последнее время проводятся на кафедрах процессов и аппаратов и оборудования КТИППа [22].

ЛИТЕРАТУРА

1. Штофф В. А. Моделирование и философия. Изд-во «Наука», 1966.
2. Стабников В. Н. «Химическое машиностроение», 1937, № 2.
3. Стабников В. Н. Механизм процесса ректификации и нормы проектирования ректификационных колонн, диссертация, КТИПП, 1940.
4. Кафаров В. В. «Журнал прикладной химии». Т. XXX, 1957.
5. Проблема масштабного перехода при разработке массообменных аппаратов. Доклады второй Всесоюзной межвузовской конференции по теории и практике ректификации. Баку, 1966.
6. Розен А. М., Аксельрод Л. С., Дильман В. В. Теоретические основы химической технологии. Т. I, № 4, 1967.
7. Аношин И. М. Труды Краснодарского института пищевой промышленности. Вып. 12, 1955.
8. Аношин И. М. Исследование аппаратов с ситчатыми тарелками для ректификации спирта. Кандидатская диссертация, Московский технологический институт пищевой промышленности, 1952.
9. Дьяконов Г. К. Вопросы теории подобия в области физико-химических процессов. Изд-во АН СССР, 1956.
10. Кафаров В. В. «Химическая промышленность», 1953, № 5.
11. Багатуров С. А. Теория и расчет перегонки и ректификации. Гостехиздат, 1961.
12. Соlbuign А. Р. Ind. and Eng. Chem. № 2, 1938.
13. Стабников В. Н. «Спирто-вочная промышленность», 1940, № 2.
14. Роткоп Л. Л., Мандельштейн М. Л., Трахтенберг Е. М. «Известия вузов. Пищевая технология», 1966, № 2.
15. Анисимов И. В., Кривсун В. Н. «Химическая промышленность», 1962, № 8.
16. Кривсун В. Н. Математическое описание и изучение статистики и динамики тарельчатой ректификационной колонны для разделения бинарных смесей. Автореферат диссертации, М., 1963.
17. Грубов В. I., Демяненко В. I., Домарецкий В. О. Харчова промисловість», 1966, № 2.
18. Домарецкий В. А. Влияние температуры бражки на процесс перегонки и оптимизация работы бражной колонны в спиртовом производстве. Автореферат диссертации, КТИПП, 1966.
19. Цыганков П. С., Николаев А. П. «Известия вузов. Пищевая технология», № 2, 1963.
20. Николаев А. П., Цыганков П. С. «Известия вузов. Пищевая технология», 1966, № 1.
21. Николаев А. П., Цыганков П. С. «Известия вузов. Пищевая технология». № 3, 1963.
22. Цыганков П. С., Малежик И. Ф. «Известия вузов. Пищевая технология», № 2, 1964.

БРАГОПЕРЕГОННЫЕ АППАРАТЫ

§ 1. ТИПЫ БРАГОПЕРЕГОННЫХ АППАРАТОВ

Классификация аппаратов

Бражка, поступающая на перегонку, состоит из воды, этилового спирта, других летучих веществ (примесей), экстрактивных веществ и взвешенных нерастворимых твердых частиц. Процесс, происходящий в брагоперегонном аппарате, сводится к выделе-

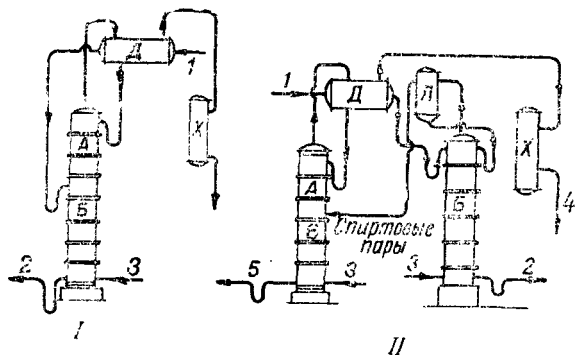


Рис. VI-1. Схемы брагоперегонных аппаратов:
 I — одноколонный аппарат, II — двухколонный аппарат;
 А — спиртовая (укрепляющая) колонна, В — бражная (истощающая) колонна, Д — дефлегматор, Х — холодильник, Л — лотушка для брызг и пены, 1 — ввод бражки в дефлегматор для подогрева, 2 — отвод барды, 3 — ввод греющего пара, 4 — отвод сырья, 5 — отвод лютера.

нию из этой сложной системы этилового спирта и летучих примесей. Дистиллят, полученный при перегонке, носит название спирта-сырца, а остаток после перегонки — барды.

Таким образом, в брагоперегонном аппарате бражка разделяется на спирт-сырец и барду.

В некоторых типах аппаратов в процессе перегонки отбирают отдельно часть содержащихся в бражке летучих примесей — сивушное масло.

Применяемые в спиртовой промышленности брагоперегонные аппараты могут быть разделены на две группы:

I тип — аппараты, в которых погон (флегма), поступающий из дефлегматора, освобождается от спирта (вываривается) вместе с бражкой в бражной колонне;

II тип — аппараты, в которых погон вываривается отдельно от бражки в так называемой лютерной колонне. Аппарат этого типа выполняется двухколонным. На рис. VI—1 изображены принципиальные схемы аппаратов обоих типов. Как тот, так и другой тип аппаратов может быть приспособлен для работы с отборомсивушного масла.

В 1964 г. Гипроспиртвино разработал параметрические ряды технологических линий, которые предусматривают выработку сырца при производительности заводов до 500 дал безводного спирта в сутки. Более мощные предприятия производят спирт-ректификат.

На предприятиях, имеющих мощность до 500 дал безводного спирта в сутки, рекомендуется к установке 1 аппарат, однако на действующих предприятиях спиртовой промышленности имеются аппараты различной большей мощности.

Аппараты с совместной вываркой бражки и погона

Одноколонные брагоперегонные аппараты. На рис. VI—2 приведена монтажная схема одноколонного брагоперегонного аппарата. Аппарат имеет следующие основные части: колонну 1, которая состоит из двух частей, верхней — укрепляющей (спиртовой) и нижней — истощающей (бражной), двухбарабанного дефлегматора 3 с горизонтальными трубками, холодильника спирта 4 комбинированного типа. Верхняя, трубчатая, часть этого холодильника служит для конденсации водно-спиртовых паров, поступающих из дефлегматора, а нижняя, змеевиковая, часть — для охлаждения конденсата. Кроме того, аппарат имеет ряд вспомогательных устройств. Работа аппарата протекает следующим образом. Бражку насосом прокачивают через трубки дефлегматора, где она подогревается теплом конденсирующегося в дефлегматоре пара. Подогретая бражка, проходя через смотровой фонарь 10, поступает на верхнюю тарелку бражной колонны. Греющий открытый пар поступает в аппарат в нижней части бражной колонны. Количество его регулируют при помощи манометрического парового регулятора. Истощенная бражка отводится через бардяной поплавковый регулятор 2. Для контроля за содержанием спирта в отходящей барде служит пробный холодильник 5. Пары из бражной колонны попадают на верхнюю колонну обогачення (спиртовую). На тарелках этой колонны они укрепляются и поступают в дефлегматор.

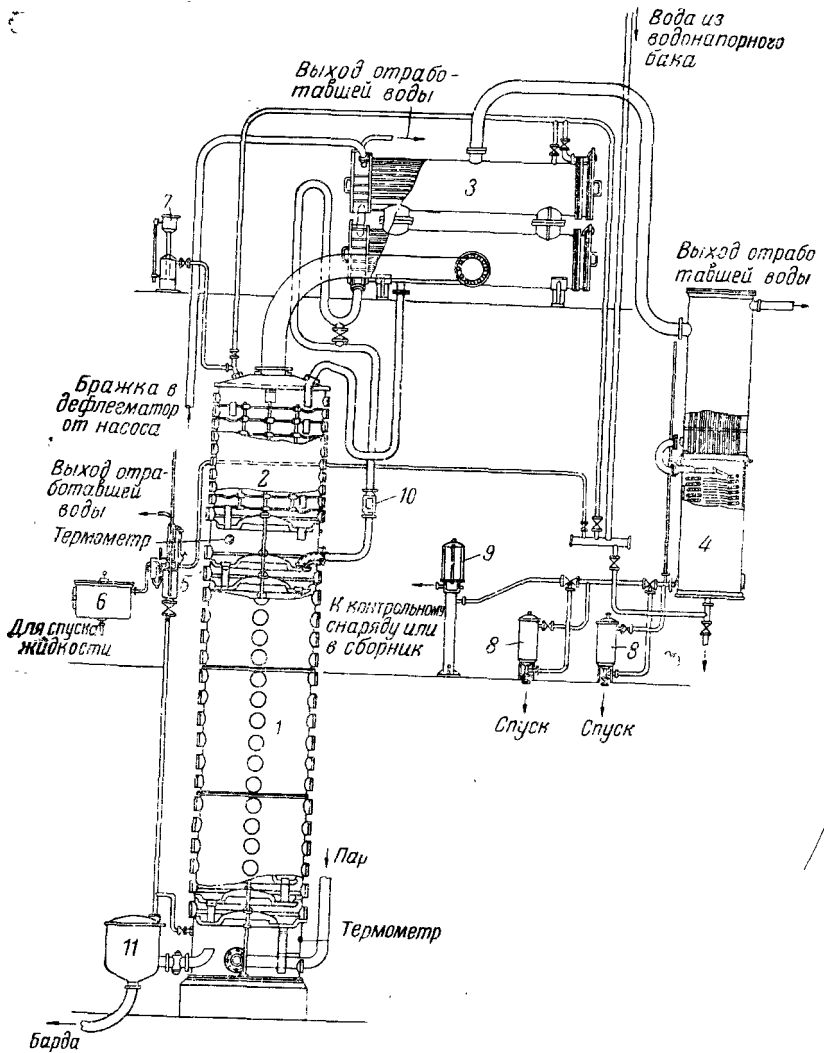


Рис. VI-2. Схема одноколонного брагоперегонного аппарата:

- 1 — бражная колонна, 2 — спиртовая колонна, 3 — дефлегматор двухбаранный, 4 — комбинированный холодильник для спирта, 5 — пробный холодильник, 6 — сборник жидкости из пробного холодильника, 7 — гидравлический предохранитель, 8 — фильтр для спирта, 9 — контрольный фонарь для спирта, 10 — смотровой фонарь для бражки, 11 — бардяной регулятор.

Характеристика одноколонных брагоперегонных аппаратов

Показатели	Аппараты			
	№ 3	№ 2	№ 1	№ 0
Производительность аппарата по бражке с содержанием безводного спирта 8% об., дал/ч	1050	790	430	263
по спирту в пересчете на безводный, дал/ч	83	63	34	21
по спирту в пересчете на безводный, дал/сутки	2200	1500	800	500
по спирту-сырцу 88% об., дал/сутки	2270	1700	1130	565
Расход насыщенного пара давлением не ниже 0,5 атм при удельном расходе 20 кг/дал безводного спирта, кг/ч	1650	1260	820	420
Расход воды при температуре 20° С и удельном расходе 0,2 м ³ /дал безводного спирта, м ³ /ч	16,6	12,6	6,8	4,2
Общая масса аппарата, кг	9800	7300	6000	4500
В том числе:				
медь листовая	3000	2200	1500	850
трубы медные	1700	1200	900	950
сталь и чугун	5100	3900	3600	270

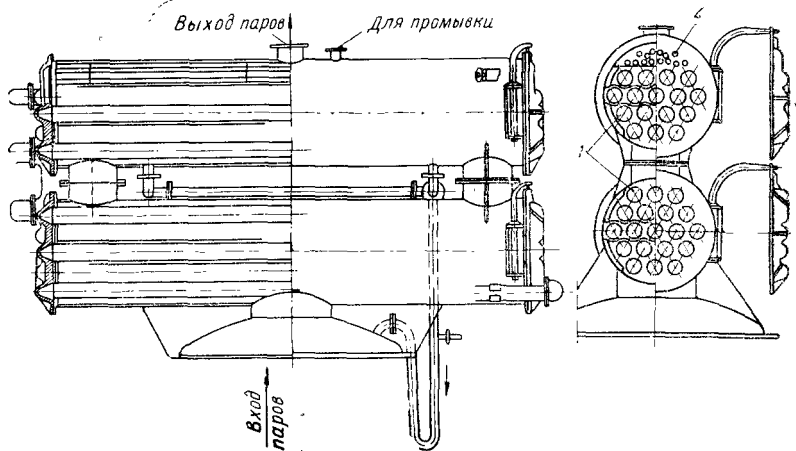


Рис. VI-3. Горизонтальный дефлегматор с двумя барабанами:

1 — трубы, охлаждаемые бражкой, 2 — трубы, охлаждаемые водой, 3 — открывающиеся крышки.

Флегму, образующуюся в дефлегматоре, направляют на верхнюю тарелку спиртовой колонны, а несконденсировавшиеся пары — в холодильник, где они конденсируются и охлаждаются, образуя спирт-сырец.

Спирт-сырец проходит через фильтр 8 и течет в фонарь 9. Для предохранения аппарата от образования в нем вакуума служит гидравлический предохранитель 7.

Гипроспиртом разработаны проекты четырех одноколонных медных аппаратов. В табл. VI—1 дана техническая характеристика этих аппаратов.

На рис. VI—3 показан дефлегматор барабанного типа. Он имеет две трубчатые поверхности охлаждения. Одна из них омывается бражкой, вторая — холодной водой. Бражка делает несколько ходов, направляясь перегородками в распределительных коробках.

Для направления паров и флегмы служат перегородки, устанавливаемые между трубками дефлегматора. Бражные трубы — медные, водяные — стальные. На рис. VI—4 показан комбинированный холодильник для водно-спиртовых паров. Верхняя часть (трубчатая) служит для конденсации паров, нижняя — для охлаждения конденсата. Вследствие малого сечения труб змеевика в нижней части скорость движения конденсата в них значительна и коэффициент теплопередачи достаточно велик. Трубы холодильника — медные.

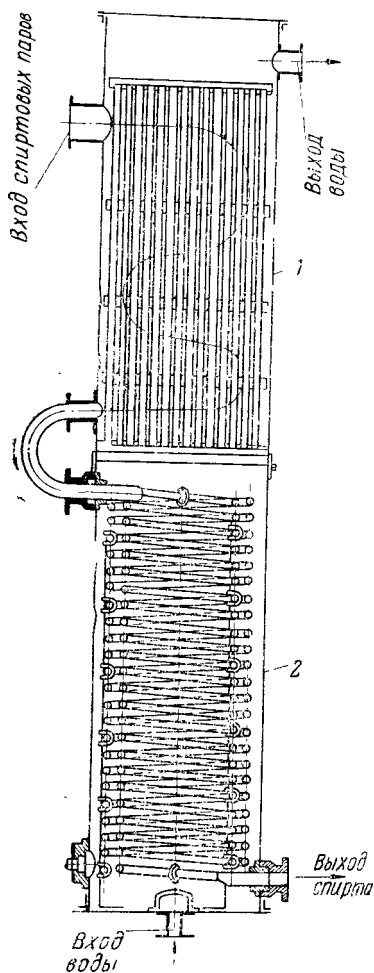


Рис. VI-4. Комбинированный холодильник для спирта:
1 — трубчатая часть, 2 — змеевиковая часть.

Аппараты с раздельной вываркой бражки и погона

Для увеличения содержания в барде сухих веществ и уменьшения высоты аппарата в спиртовой промышленности применяют также двухколонные аппараты, в которых бражная и спиртовая колонны устанавливаются отдельно. Спиртовую колонну снабжают лютерной частью для выварки погона. Благодаря такому устройству выварка флегмы происходит в лютерной части и лютерная вода не разбавляет барды.

Аппарат (см. рис. VI—1) состоит из бражной *Б*, спиртовой *А* и лютерной *В* колонны, дефлегматора *Д* и ловушки *Л* для улавливания частиц бражки и работает следующим образом. Нагретая в дефлегматоре *Д* бражка течет в бражную колонну *Б*. Пары спирта, выделившиеся в колонне *Б*, идут через ловушку *Л* в спиртовую колонну *А*, а барда уходит через бардную регулятор. Выварка погона происходит в лютерной колонне *В*.

Аппараты с отбором сивушного масла

Сивушное масло представляет собой ценное сырье для некоторых отраслей промышленности, однако при работе на описан-

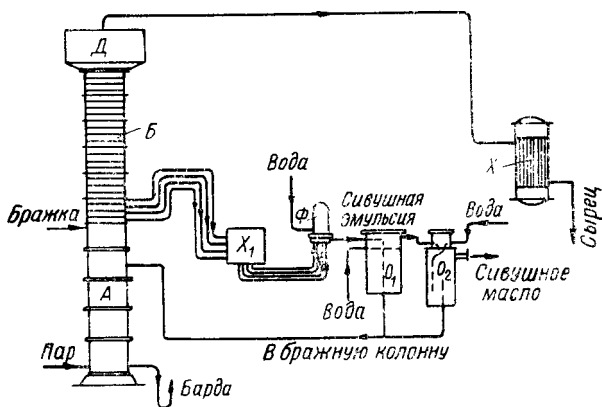


Рис. VI-5. Схема брагоперегонного аппарата с отбором сивушного масла:

А — бражная колонна, *Б* — спиртовая колонна, *Д* — дефлегматор, *Х* — холодильник для спирта, *Х*₁ — сивушный холодильник, *Ф* — фонарь сивушной жидкости, *О*₁ — декантатор-отстойник сивушного масла, *О*₂ — отделитель сивушного масла.

ных выше аппаратах оно не выделяется, а целиком переходит в сырец. Поэтому предложены брагоперегонные аппараты с отбором сивушного масла.

Любой из рассмотренных выше аппаратов может быть использован для работы с непрерывным отбором сивушного масла. Для этого должна быть значительно усилена укрепляющая часть колонны: увеличено число тарелок в спиртовой части и установлен мощный дефлегматор, обеспечивающий большое флегмовое число. Благодаря этим мероприятиям крепость сырого спирта повышается до 94—95% об. и сивушное масло задерживается в определенной зоне колонны. На рис. VI—5 показана схема установки для отбора сивушного масла.

Сивушный спирт отбирают с нижних четырех тарелок спиртовой колонны, где он накапливается, в количестве $1,2 \div 1,5\%$ от производительности аппарата. Отбор сивушного масла должен быть не менее $0,25 \div 0,35\%$ к выходу сырого спирта. Смесь, содержащую сивушное масло, спирт и воду, направляют в холодильник X_1 , а отсюда после охлаждения — в фонарь Φ . Смесь с каждой тарелки отбирают отдельно, поэтому аппарат имеет четыре змеевика-холодильника и четыре пробных цилиндра в фонаре. Это позволяет определять, на какой тарелке устанавливается максимальная концентрация сивушного масла.

В фонарь Φ направляют воду, вследствие чего там образуется сивушная эмульсия. Эмульсия стекает в отстойник-декантатор, где отделяется более легкое сивушное масло, которое всплывает вверх и промывается водой, поступающей через барботер. Промытое масло попадает в отделитель для окончательного отделения от водно-спиртовой жидкости. Здесь оно вновь промывается водой и отводится в верхней части отделителя. Водно-спиртовой раствор возвращается в колонну или в бражной сборник.

§ 2. РАСЧЕТ БРАГОПЕРЕГОННЫХ АППАРАТОВ

При расчете брагоперегонного аппарата задается производительность аппарата, выраженная в декалитрах безводного спирта в сутки, а также крепость бражки и спирта-сырца.

Требуется определить число тарелок аппарата и его конструктивные размеры. В тепловом расчете аппарата находят расход пара и воды на аппарат. Аппарат должен быть сконструирован так, чтобы расход пара и воды был минимальным.

Определение флегмового числа

Расчет колонны начинаем с определения флегмового числа, для чего сначала находим значения минимального флегмового числа по уравнению (II—23).

$$v_{\text{мин}} = \frac{x_D - y_M}{y_M - x_M}.$$

Здесь $v_{\text{мин}}$ — минимальное флегмовое число, x_D — содержание спирта в сырце, % мол., x_M — содержание спирта в жидкости, кипящей на тарелке питания, % мол., y_M — содержание спирта в парах, равновесных с этой жидкостью, % мол.

В случае, если бражка поступает при температуре кипения, x_M соответствует содержанию в ней спирта. Если же бражка, как это обычно бывает, поступает при температуре, меньшей,

чем температура ее кипения, то происходит укрепление ее за счет конденсации на тарелке питания водно-спиртовых паров, приходящих с нижележащей тарелки.

Для ориентировочного расчета определения содержания спирта в жидкости на питающей тарелке служит график (рис. VI—6).

На этом графике по горизонтальной оси отложено количество тепла, которое нужно затратить, чтобы догреть 100 кг поступающей на перегонку бражки до температуры кипения, по вертикальной оси — содержание алкоголя на тарелке питания в

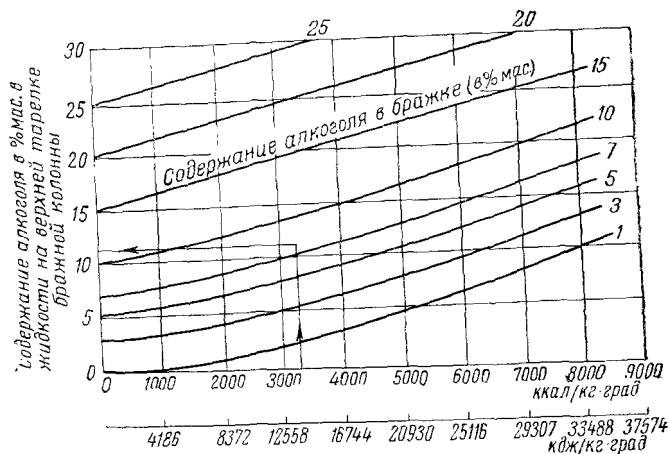


Рис. VI-6. График для нахождения крепости кипящей бражки на питающей тарелке.

% мас. Кривые на рис. VI—6 отвечают различному содержанию спирта в бражке, поступающей на перегонку. Для определения количества тепла, затрачиваемого на подогрев бражки до температуры кипения, служит формула

$$Q = (t_{\text{кип}} - t_{\text{бр}}) c_{\text{бр}} \cdot 100 \text{ ккал,}$$

или в системе СИ

$$Q = (t_{\text{кип}} - t_{\text{бр}}) c_{\text{бр}} \cdot 100 \text{ кдж,} \quad (\text{VI—1})$$

где $t_{\text{кип}}$ — температура кипения бражки;
 $t_{\text{бр}}$ — температура, с которой бражка поступает в колонну;

$c_{\text{бр}}$ — удельная теплоемкость бражки; определяется по формуле проф. Г. М. Знаменского [1]

$$c_{\text{бр}} = 1,019 - 0,0095 \cdot B \text{ ккал/(кг·град),} \quad (\text{VI—2})$$

или в системе СИ

$$c_{6p} = 4,3 - 0,04B \text{ кдж/(кг} \cdot \text{град)},$$

где B — содержание сухих веществ в бражке, % мас.

Проф. С. Е. Харин предложил аналитический метод определения температуры кипения на питающей тарелке [2].

Рассматривая процесс конденсации паров на этой тарелке и приняв некоторые допущения, он вывел основное уравнение:

$$a_k^2 + pa_k + q = 0. \quad (\text{VI-3})$$

Здесь a_k — содержание спирта в жидкости, кипящей на питающей тарелке, % мас.

Коэффициенты p и q находятся по уравнениям, приведенным в табл. VI-2.

Таблица VI-2

Содержание спирта в бражке, кипящей на тарелке питания, % мас.	Значения коэффициентов p и q	
	Расчетные формулы	
	для p	для q
0,4—2,4	$p = -9,3 + 1,34a + 0,35t$	$q = 5,26 + 25,2a - 0,053t$
2,4—5,0	$p = 5,13 - 1,26a + 0,298t$	$q = 52,6 + 34,34a - 0,053t$
5—10	$p = 31,5 + 1,16a + 0,226t$	$q = 214,5 + 52,2a - 2,18t$
10—15	$p = 72,78 + 1,062a + 0,1176t$	$q = 616,5 + 80,79a - 6,38t$

В этих уравнениях a — массовый процент спирта в бражке, поступающей в колонну, t — ее температура.

Пример 3. Определить температуру кипения бражки, содержащей 8,0% мас. алкоголя, при условии, что бражка поступает при 60° С, удельная теплоемкость ее 0,95 ккал/(кг · град).

Решим сначала задачу при помощи графика (см. рис. VI-6).

Бражка, содержащая 8,0% мас. спирта, будет кипеть при 92,6° С (см. табл. I-10), следовательно, недогрев будет (92,6—60) 100 · 0,95 ≈ 3100 ккал на 100 кг бражки. Теперь по рис. VI-6 определяем концентрацию алкоголя на тарелке питания. Она равна ≈ 11,5% мас., что соответствует температуре кипения 90,6° С.

Высчитываем теперь температуру кипения по уравнениям Харина:

$$p = 72,78 + 1,062 \cdot 8 + 0,1176 \cdot 60 = 88,33;$$

$$q = 616,5 + 80,79 \cdot 8 - 6,38 \cdot 60 = 880,5.$$

Составим уравнение:

$$a_k^2 + 88,33 a_k + 880,5 = 0.$$

Решаем его в отношении a_k :

$$a_k = 44,165 \pm \sqrt{44,165^2 - 880,5} = 11,16\% \text{ мас.},$$

а температура кипения по табл. I-10 $t \approx 90,7^\circ \text{C}$, что близко к температуре кипения, найденной при помощи графика.

Как тот, так и другой метод определения температуры кипения на тарелке питания являются приближенными, так как в основе их лежит предположение, что число тарелок колонны бесконечно велико, а концентрация спирта в парах до и после тарелки питания равны, причем эти пары находятся в равновесии с кипящей на тарелке питания жидкостью.

В действительности пары, поступающие на тарелку питания с нижележащей тарелки, в реальной колонне не могут находиться в равновесии с жидкостью, кипящей на тарелке питания. Концентрация спирта в этих парах, как показали исследования, проведенные в лаборатории процессов и аппаратов КТИППа [3, 4], является функцией количества поступающей бражки M кг/ч, количества греющего пара P кг/м, концентрации спирта в бражке x_M и температуры бражки t_M . Для нахождения функциональной зависимости $y = f(M, P, x_M, t_M)$ было проведено экспериментальное исследование на бражной колонне полупроизводственного типа. Колонна имела диаметр 140 мм и расстояние между тарелками 170 мм. Температура бражки в опытах колебалась от 30 до 90° С; расход пара от 20 до 40 кг/ч при $M = 100$ кг/ч; концентрация спирта в бражке изменялась от 6 до 8,2% мас.

Экспериментальные данные были обработаны на электронной цифровой машине по методу множественной регрессии. При этом получено следующее уравнение

$$y = 30,1 + 3,7x_M - 0,2t_M - 0,9P \text{ \% мас.} \quad (\text{VI—4})$$

Полученное значение y дает возможность установить значение $f = \frac{100-y}{y}$, т. е. соотношение в греющих парах воды и спирта.

Для нахождения x_n — концентрации спирта в кипящей на тарелке бражке предложено [3, 4] использовать следующую формулу:

$$x_n = \frac{x_M(291 + 539f) + 10120 - 100I_0}{294 + 539f + (101,2 - I_0)(1 + f)} \text{ \% мас.,} \quad (\text{VI—5})$$

где I_0 — теплосодержание поступающей бражки, ккал/кг.

Сопоставление экспериментальных данных и значений температур, полученных расчетом различными методами, приведено в табл. VI—3.

Из рассмотренных данных табл. VI—3 следует, что результаты, полученные расчетом по уравнению (VI—6), наиболее близки к экспериментальным. Другие методы дают отклонения тем большие, чем больше недогрев бражки и чем больше расход пара в колонне. При температуре бражки выше 60° С и расходе пара менее 20 кг на 100 кг бражки все методы дают удовлетворительные результаты.

Сопоставление расчетных и экспериментальных данных о температуре на тарелке питания

(концентрация спирта в бражке 8,2% мас.)

Метод расчета	Температура бражки 30 °С				Температура бражки 60 °С			
	Расход пара на 100 кг бражки, кг							
	38,0	30,0	25,0	19,6	38,0	30,0	25,0	19,6
	Концентрация спирта x_k , % мас.							
По С. Е. Харину . . .	15,6	15,6	15,6	15,6	11,7	11,7	11,7	11,7
По Е. Ф. Четверикову	16,2	16,2	16,2	16,2	11,8	11,8	11,8	11,8
По уравнению (VI—6)	9,0	11,0	13,0	14,5	8,5	9,3	9,7	11,0
Из опыта	8,7	10,9	13,6	15,8	8,2	8,9	9,3	11,7

Было бы желательно провести проверку формулы (VI—6) по той же методике на колоннах производственного масштаба при работе на различном сырье.

Определив x_M и соответствующее u_M , находим по уравнению (II—23) v_{\min} .

Действительное флегмовое число v_D будет равно минимальному, умноженному на коэффициент избытка флегмы β :

$$v_D = v_{\min} \beta. \quad (\text{VI—6})$$

Величина β колеблется в зависимости от числа тарелок аппарата и их конструкции в пределах от 1,1 до 2. В среднем значение β принимают равным 1,5.

Материальный и тепловой балансы брагоперегонного аппарата

Если рассматривать одноколонный аппарат, исключив дефлегматор, как некоторую замкнутую систему («коробку»), то можно легко составить материальный и тепловой балансы его (табл. VI—4 и VI—5).

При составлении балансов массу выражают в килограммах, а состав продуктов — в массовых процентах.

Очевидно, уравнение материального баланса будет иметь вид:

$$M + P + vD = D + vD + R + P, \quad (\text{VI—7})$$

или

$$M = D + R. \quad (\text{VI—8})$$

Материальный баланс брагоперегонного аппарата

Приход			Расход		
Статья прихода	Состояние	Обозначение	Статья расхода	Состояние	Обозначение
Бражка	Жидкость	M	Пары, образующие дистиллят (сырец)	Пар	D
Греющий пар Флегма	Пар	P	Пары, образующие флегму	Пар	$\Phi = vD$
	Жидкость	$\Phi = vD$	Барда при обогреве открытым паром	Жидкость	$B = R + P^*$

* R — остаток после перегонки бражки; P — конденсат греющего пара.

Таблица VI-5

Тепловой баланс брагоперегонного аппарата

Приход			Расход		
Статья прихода	Обозначение	Формула для подсчета	Статья расхода	Обозначение	Формула для подсчета
Тепло, вносимое бражкой	Q_1	$Mct_{бр}$	Тепло, уносимое сырым (дистиллятом)	Q_4	Di_D
Тепло, вносимое паром	Q_2	Pi	Тепло, уносимое паром, образующим флегму	Q_5	$\Phi i_D = vDi_D$
Тепло, вносимое флегмой	Q_3	$\Phi c_{\Phi} t_{\Phi}$	Тепло, уносимое бардой	Q_6	$(R + P) c_R t_R$
			Потери тепла в окружающее пространство	Q_7	—

В тепловом балансе приняты следующие обозначения:

- c — удельная теплоемкость бражки (находится по уравнению Знаменского);
- c_{Φ} — удельная теплоемкость флегмы (находят по табл. I—3);
- $t_{бр}$ — температура бражки;
- t_{Φ} — температура флегмы;
- i — полное теплосодержание греющего пара;
- i_D — полное теплосодержание 1 кг пара дистиллята;
- c_R — удельная теплоемкость барды (находится по уравнению Знаменского);
- $c_{R=1} = 0,00378 B \text{ ккал}/(\text{кг} \cdot \text{град})$, где B — содержание сухих веществ в барде, % мас., или в системе СИ

4,2—0,016 В кдж/(кг·град);

t_R — температура барды.

Расход тепла Q_T на потери в окружающее пространство складывается из потерь тепла на лученспускание и конвекцию. Принимают, что потеря тепла составляет для неизолированной колонны 500 ккал (2100 кдж) на 100 кг бражки, а для изолированной 200 ккал (840 кдж) на 100 кг бражки.

Составим уравнение теплового баланса:

$$Mct_{\text{ср}} + Pi + \Phi_{\text{сф}}t_{\text{ф}} = Di_D + \phi_{iD} + (P + R)c_R t_R. \quad (\text{VI—9})$$

В этом уравнении неизвестны P , D и R . Мы имеем два уравнения (VI—8) и (VI—9). Легко может быть составлено и третье, включающее те же неизвестные. Это будет уравнение

$$Mx_M = Dx_D + (R + P)x_R, \quad (\text{VI—10})$$

где x_M — содержание спирта в бражке;

x_D — содержание спирта в сырце.

Решая совместно уравнения (VI—8, VI—9 и VI—10), найдем искомые величины D , R и расход пара P .

Определение числа тарелок

Для определения числа тарелок брагоперегонного аппарата воспользуемся графическим методом. Для этого в прямоугольных координатах y — x построим кривую равновесия. Содержание спирта в парах в % мол. y откладываем на вертикальной оси, а содержание спирта в жидкости x — на горизонтальной. Уравнение рабочей линии верхней колонны имеет следующий вид:

$$y = \frac{v}{v+1}x + \frac{x_D}{v+1},$$

где v — найденное выше действительное флегмовое число;

x_D — содержание спирта в сырце, % мол.

Уравнение рабочей линии нижней колонны при обогреве открытым паром может быть представлено так [10]

$$y = \frac{L}{G}(x - x_R). \quad (\text{VI—11})$$

Здесь L — количество молей в жидком потоке, стекающем по тарелкам нижней колонны, G — то же, в паровом потоке, x_R — содержание спирта в барде, % мол. Количество молей спирта, содержащихся в паровом потоке, может быть найдено исходя из определенного ранее расхода пара P в кг.

Количество киломолей содержащегося в этом массовом количестве пара составляет $\frac{P}{18}$, где 18 — молекулярная масса воды. Так как при движении пара в колонне молевое количество его будет оставаться постоянным, то найденная величина будет искомым количеством молей в паровом потоке. Этот расчет несколько неточен, так как приходящий в колонну пар имеет давление большее, чем давление в колонне, но ошибка невелика и к тому же компенсируется теплотерей в окружающее пространство.

Количество молей L в жидком потоке складывается из трех частей: потока бражки L_1 , потока флегмы, приходящей из верхней части колонны, L_2 и потока конденсата пара, израсходованного на догрев бражки, L_3 .

Количество молей бражки L_1 находится делением массового количества бражки на ее средний молекулярный вес; количество молей флегмы $L_2 = \frac{vD}{M_D}$, где M_D — средняя

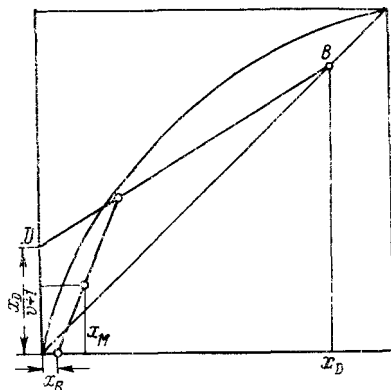


Рис. VI-7. Построение рабочих линий полной колонны.

молекулярная масса флегмы, равная средней молекулярной массе сырца; количество молей пара, расходуемого на догрев бражки, L_3 определяется следующим путем. Находим количество тепла Q , которое расходуется на нагревание бражки до температуры кипения. Разделив Q на молекулярную теплоту конденсации водяного пара (18 г), получаем $L_3 = \frac{Q}{18 r}$.

Имея уравнение рабочей линии верхней и нижней колонны, строим рабочие линии в координатах $y-x$ (рис. VI-7). Начинаем с построения рабочей линии верхней колонны. Для этого на горизонтальной оси откладываем значение x_D и восстанавливаем из x_D перпендикуляр до пересечения его с диагональю графика. На оси ординат откладываем отрезок $\frac{x_D}{v+1}$; соединяя точки D и B , получаем рабочую линию BD верхней колонны. Для построения рабочей линии нижней колонны задаемся двумя значениями y и находим соответствующие значения x . Согласно уравнению (VI-11), при $y=0$ и $x=x_R$. Второе значение находим, например, при $y=20$, также по уравнению (VI-11).

По этим двум точкам строим рабочую линию нижней колонны. После того как построены рабочие линии, строим обычным способом ступени концентрации и определяем число теоретических тарелок, необходимых для перегонки. Для нахождения числа действительных тарелок число найденных ступеней концентрации (теоретических тарелок) делим на средний коэффициент полезного действия тарелок (к. п. д.). Значения к. п. д. могут быть выбраны по таблице (VI—4) [5].

Построение ступеней концентрации для нижней части бражной колонны, в которой концентрация спирта x изменяется от 0,004 до 0,2% мол., можно воспользоваться уравнением Сореля — Харина для нахождения ступеней концентрации, которое запишется так:

$$n = \frac{\lg \left[1 + \frac{x_0}{x_R} \left(\frac{KG}{L} - 1 \right) \right]}{\lg \frac{KG}{L}} - 1.$$

Здесь $x_0 = 0,2\%$ мол., $x_R = 0,004\%$ мол., K — коэффициент испарения спирта, равный для рассматриваемой зоны концентрации 13.

Чтобы показать, как проводится определение числа тарелок, рассмотрим следующий пример.

Пример 4. Определить необходимое число тарелок одноколонного брагоперегонного аппарата, работающего при следующих условиях. Бражка, полученная при переработке крахмалистого сырья, поступает при температуре 70° С. Содержание спирта в ней 7,5% мас., содержание сухих веществ 7,3%; содержание сухих веществ в барде 6,5% мас., содержание спирта в барде 0,01% мас. Давление открытого греющего пара 1,45 бар. Давление в выварной части колонны 1,15 бар. Крепость сырья 88% об.

Пересчитав концентрацию спирта на молевые проценты, найдем:

крепость сырья $x_D = 66\%$ мол.;

крепость бражки $x_M = 3,07\%$ мол.;

крепость барды $x_R = 0,004\%$ мол.

Найдем величину минимального флегмового числа по уравнению (II—33)

$$v_{\min} = \frac{x_D - y_M}{y_M - x_M}.$$

Для определения y_M и x_M необходимо определить теплоту Q , расходуемую на нагревание бражки до кипения. Температуру кипения бражки при крепости ее 7,5% мас. найдем, как для водно-спиртовой смеси, равной 93° С (см. табл. I—10). Согласно уравнению (VI—2)

$$c = 1,019 - 0,0095 \cdot 7,3 = 0,95 \text{ ккал/(кг.град)};$$

$$Q = 0,95 (93 - 70) 100 = 2180 \text{ ккал.}$$

По графику (см. рис. VI—6) находим крепость жидкости, кипящей на тарелке питания, равную приблизительно 9% мас., или 3,73% мол. Соответ-

ствующая равновесная концентрация в парах по табл. I—10 равна ~50% мас., или ~28% мол. Отсюда

$$v_{\text{мин}} = \frac{66 - 28}{28 - 3,73} = 1,55.$$

Примем коэффициент избытка флегмы, равным 2, тогда $v_D = 3$.

При выборе коэффициента избытка флегмы следует иметь в виду, что при увеличении его возрастает расход тепла на перегонку, но зато уменьшается число тарелок, а следовательно, и стоимость сооружения аппарата.

Для построения рабочей линии нижней колонны необходимо знать расход пара. Составим поэтому материальный и тепловой балансы аппарата на 100 кг поступающей на аппарат бражки (табл. VI—6 и VI—7).

Таблица VI-6

Материальный баланс

Приход		Расход	
Продукт	Количество, кг	Продукт	Количество, кг
Бражка	100	Пары, образующие сырец	D
Греющий пар	P	Пары, образующие флегму	$3D$
Флегма	$vD = 3D$	Барда	$R + P = 100 -$ $- D + P = B$

Таблица VI-7

Тепловой баланс

Статья прихода и расхода	Подсчет и результаты
Тепло, вносимое бражкой	$Q_1 = 100ct_{\text{бр}} = 100 \cdot 0,95 \cdot 70 = 6650$ ккал; здесь $t_{\text{бр}} = 70^\circ\text{C}$ и $c = 0,95$ ккал/(кг·град).
Тепло, вносимое паром	$Q_2 = Pi = 642,7P$ ккал; здесь i — полное теплосодержание пара при $P = 1,45$ бар, равное 642,7 ккал/кг.
Тепло, уносимое сырцом	Считая, что флегма имеет тот же состав, что и сырец, находим (по табл. I—10) ее температуру $t_{\text{ф}} = 80^\circ\text{C}$. Удельную теплоемкость $c_{\text{ф}}$ находим по табл. I—3; $c_{\text{ф}} = 0,9$, отсюда $Q_3 = 3D \cdot 0,9 \cdot 80 = 216D$.
Тепло, уносимое флегмой (в парах)	$Q_4 = Di_D$; $i_D = 323$ ккал·кг (см. табл. I—15), т. е. $Q_4 = 323 D$ ккал/кг.
Тепло, уносимое бардой	$Q_5 = vDi_D = 3 \cdot 323D = 969D$.
Тепло, теряемое в окружающее пространство	$Q_6 = (R + P) c_R t_R$. Температуру кипения барды при давлении 1,15 бар берем как для воды $t_R = 102^\circ\text{C}$. Удельную теплоемкость барды находим равной 0,97 ккал/(кг·град). Отсюда $Q_6 = (R + P) 0,97 \cdot 102 = 99 (R + P)$.
	Q_7 принимаем равной 200 ккал на 100 кг бражки

Составим уравнение теплового баланса:

$$6650 + 642,7P + 216D = 323D + 969D + 99(R + P) + 230.$$

Приводя подобные члены и решая уравнение относительно P , получим

$$P = 1,98D + 0,182R - 11,85. \quad (a)$$

В этом уравнении три неизвестных: D , R и P . Составим еще два уравнения, содержащие те же неизвестные:

$$D = 100 - R; \quad (б)$$

$$\frac{100x_M}{100} = \frac{Dx_D}{100} + \frac{(R+P)}{100}x_R, \quad (в)$$

где x_M , x_D и x_R — содержание спирта в бражке, сырце и барде, % мас.

Уравнение (в) может быть записано так:

$$100 \cdot 7,5 = 83,2D + (R + P) 0,01. \quad (г)$$

Решая уравнения (а, б и г), найдем: $R=91$ кг, $D=9$ кг. Тогда

$$P = 22,55 \text{ кг.}$$

Задача может быть значительно упрощена, если пренебречь потерями спирта в барде и принять $x_R = 0$. Тогда из уравнения (в) легко найти D , а из уравнения (б) — определить R . Подставив их в уравнение (а), найдем P . При этом ошибка будет незначительной.

Теперь, имея все необходимые данные, можно приступить к определению числа теоретических тарелок. Уравнение рабочей линии верхней колонны будет иметь такой вид:

$$y = \frac{3}{3+1}x + \frac{66}{3+1},$$

или

$$y = 0,75x + 16,5.$$

Для построения уравнения рабочей линии нижней колонны найдем количество молей в жидком (L) и паровом (G) потоках в нижней колонне. По предыдущему $G = P = 18 = \frac{22,55}{18} = 1,25$ кмоль на 100 кг бражки.

$$L = L_1 + L_2 + L_3.$$

$$L_1 = \frac{100}{M_6}; \quad M_6 = \frac{3,07 \cdot 46 + 96,97 \cdot 18}{100} = 18,9.$$

Отсюда

$$L_1 = \frac{100}{18,9} = 5,3;$$

$$L_2 = \frac{vD}{M_D}; \quad M_D = \frac{66 \cdot 46 + 34 \cdot 18}{100} = 36,5.$$

Отсюда

$$L_2 = \frac{3 \cdot 9}{36,5} = 0,74;$$

$$L_3 = \frac{Q}{18r} = \frac{2180}{18 \cdot 540} \approx 0,224;$$

$$L = 5,3 + 0,74 + 0,224 = 6,264.$$

Уравнение рабочей линии нижней колонны, таким образом, может быть записано так:

$$y = \frac{6,264}{1,25} (x - 0,004),$$

или

$$y = 5 (x - 0,004).$$

При $y=0$, $x=0,004$; при $y=10$, $x=2,004$.

По этим координатам находим две точки и проводим через них рабочую линию. Построение рабочих линий показано на рис. VI—8. Ступени концентрации нижней колонны строятся отдельно в большом масштабе. Число ступеней концентрации верхней колонны, согласно построению, равно 3,5, а число ступеней концентрации нижней колонны, необходимых для истощения бражки до концентрации спирта 0,2% мол., равно 3. Число ступеней концентрации для истощения бражки от 0,2 до 0,004% мол. находим аналитическим путем по уравнению (II—27)

$$n = \frac{\lg \left[1 + \frac{0,2}{0,004} \left(\frac{13 \cdot 1,25}{6,264} - 1 \right) \right]}{\lg \frac{13 \cdot 1,25}{6,264}}$$

$$- 1 = 3,6.$$

Всего в нижней колонне будет 6,6 ступеней концентрации.

Выбирая по табл. IV—4 к.п.д. тарелок, принимаем для верхней колонны $\eta = 0,3$, а для нижней $\eta = 0,5$. Исходя из этого в нижней колонне потребуется установить $6,6 : 0,5 \approx 13$ тарелок, а в верхней $3,5 : 0,3 \approx 12$ тарелок.

Так как в нижней колонне выварная часть является эквивалентом одной тарелки, то в бражной колонне устанавливаем 12 тарелок. Число тарелок спиртовой части также может быть уменьшено на одну, учитывая укрепляющее действие дефлегматора.

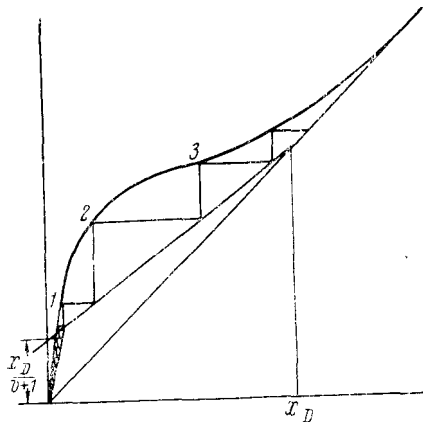


Рис. VI-8. Графическое определение числа тарелок брагоперегонного аппарата.

Определение основных размеров колонн брагоперегонного аппарата

После того как определено число тарелок брагоперегонного аппарата, может быть найдена высота аппарата. Для того чтобы определить ее, необходимо выбрать расстояние между тарелками аппарата h . Эта величина зависит от скорости движения паров в межтарелочном пространстве (свободном сечении колонны).

Для нахождения скорости пара в аппаратах для перегонки и ректификации предложен ряд уравнений. При выводе их исходят из того положения, что при определенной скорости пара

к. п. д. тарелок становится оптимальным. Эту скорость стремясь определить при помощи предложенных для этой цели уравнений. Разумеется, оптимальная скорость связана со свойствами системы и с конструкцией тарелки, поэтому универсальные формулы для определения оптимальной скорости не могут быть точными.

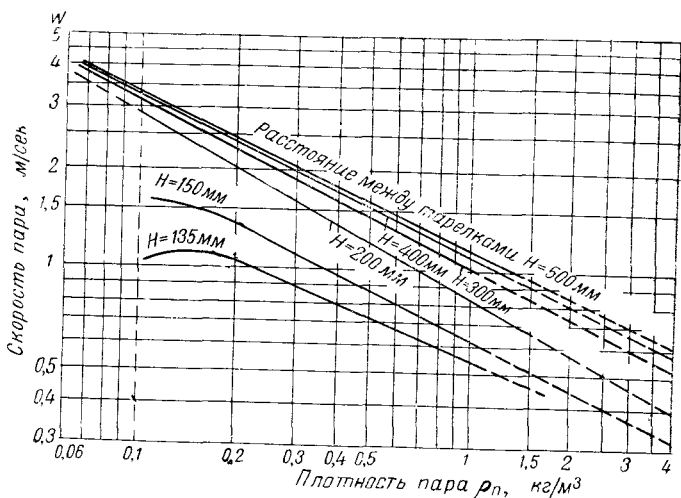


Рис. VI-9. График для нахождения скорости пара.

Из формул, выведенных на основании исследований системы спирт — вода, известны уравнения Киршбаума и Стабникова. Последнее выведено на основе исследований Пиви и Бэкера [6]. Киршбаум [7] в экспериментальном исследовании, проведенном с водно-спиртовым раствором, содержащим 50% мас. этилового спирта, на испытуемой тарелке определял оптимальную скорость пара. Его колонна имела диаметр 400 мм и 15 колпачков при глубине барботажа 30 мм. За основные параметры, определяющие скорость пара (w м/сек), были приняты: относительная плотность пара (γ_n кг/м³), расстояние между тарелками (h мм).

В зависимости от этих величин определялась та наибольшая скорость пара, при которой к. п. д. тарелки остается достаточно большим (от 0,62 до 0,88).

На рис. VI—9 приведен график для нахождения скорости пара.

Для этой же цели служит уравнение, предложенное Киршбаумом:

$$w = A\gamma_n^{-m}, \quad (\text{VI-12})$$

где A и m — коэффициенты, определяемые расстоянием между тарелками. Значения их даны в табл. VI—8.

Таблица VI-8

Значения A и m в зависимости от h

h , мм	500	400	300	200	150	135
A	1,14	1,10	1,02	0,82	0,62	0,54
m	0,465	0,47	0,490	0,545	0,490	0,425

Уравнение Киршбаума имеет тот недостаток, что оно не учитывает глубины барботажа и изменения концентрации спирта на тарелках.

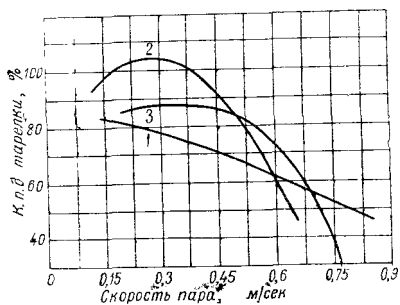


Рис. VI-10. Зависимость к.п.д. тарелок от условий их работы при $H=150$ мм:
1 — статический уровень 0 мм, 2 — то же, 12 мм, 3 — то же, 25 мм.

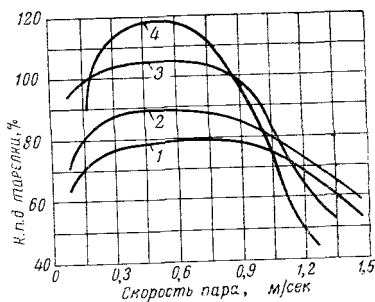


Рис. VI-11. Зависимость к.п.д. тарелок от условий их работы при $H=300$ мм:
1 — статический уровень 0 мм, 2 — то же, 12 мм, 3 — то же, 25 мм, 4 — то же, 50 мм.

Пиви и Бэкер [6], исследуя тот же вопрос, пользовались колонной с внутренним диаметром 458 мм. Колонна имела 3 тарелки с колпачками. Исследуемый раствор содержал 35% мол. спирта. На рис. VI—10 и VI—11 приведены результаты экспериментов этих авторов.

График на рис. VI—10 иллюстрирует опыты, проведенные при расстоянии между тарелками 150 мм, а на рис. VI—11 — при расстоянии 300 мм. В обоих случаях глубина барботажа менялась.

Анализ графиков показывает, что при увеличении скорости пара к.п.д. тарелки сначала растет, далее остается постоянным до некоторого значения скорости, а затем падает.

В результате проведенных экспериментов авторы предложили график для определения максимально допустимой скорости паров в свободном сечении колонны (рис. VI—12). В этом графике отражены три важнейших, по их мнению, фактора: глубина барботажа, скорость пара, расстояние между тарелками. Те же данные приведены в табл. VI—9.

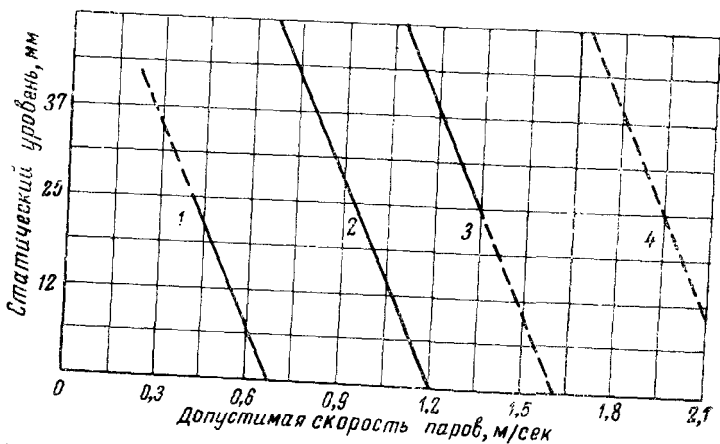


Рис. VI-12. График для нахождения допустимой скорости паров:

1 — расстояние между тарелками 150 мм, 2 — то же, 225 мм, 3 — то же, 300 мм, 4 — то же, 450 мм (основано на значении допустимого уноса от 10 до 15%).

Таблица VI-9
Скорость пара в свободном сечении колонны, м/сек

Уровень жидкости (глубина барботажа в мм) z	Скорость пара при расстоянии между тарелками, мм			
	150	225	300	450
37,5	0,24	0,525	0,78	
25	0,4	0,675	0,93	1,2
12,5	0,525	0,825	1,08	1,35
				1,5

Те же соотношения могут быть выражены следующей формулой, предложенной Стабниковым [8]:

$$w = \frac{0,305H}{60 + 0,05H} - 0,012z \text{ м/сек,} \quad (\text{VI—13})$$

где H и z выражены в миллиметрах.

Уравнение (VI—13) было проверено автором путем сопоставления с данными практики для брагоперегонных аппаратов. Найдено, что производительность аппаратов, подсчитанная по

этому уравнению, при расстоянии между тарелками более 275 мм соответствует производительности, достигнутой передовыми аппаратчиками. Поэтому уравнение (VI—13) может быть рекомендовано для подсчетов оптимальной скорости пара для брагоперегонных аппаратов.

Андреев [9], применяя это уравнение для ситчатых тарелок бражных колонн сульфитно-спиртовых заводов при расстоянии между тарелками 500 мм, получил удовлетворительное совпадение с данными практики.

Как и формулой Киршбаума, формулой (VI—13) не учитывается изменение концентрации спирта. Формула (VI—13) не учитывает также изменение γ_n и не может быть применена при давлениях, значительно отличающихся от нормального. Поэтому при расчетах вакуумных колонн или колонн, работающих под давлением, следует пользоваться формулой Киршбаума.

Расстояние между колпачковыми тарелками в брагоперегонных аппаратах, работающих на заводах, колеблется от 200 до 280 мм. При проектировании новых аппаратов следует брать верхний предел, так как при этом масса аппаратов получается меньшей и на их изготовление расходуется меньше металла; при увеличении расстояния между тарелками увеличивается допустимая скорость паров, а следовательно, уменьшается диаметр колонны.

Задавшись величиной H , по формуле (VI—13) можно определить ω и, наоборот, задавшись ω , можно установить H .

Диаметр колонны находится из уравнения:

$$V = \frac{\pi d^3}{4} \omega \cdot 3600 \text{ м}^3/\text{ч}, \quad (\text{VI—14})$$

где V — объем паров, поднимающихся в колонне.

Объем паров легко может быть найден, так как нам известно количество молей паров, поднимающихся в колонне. Оно равно $D + vD$ в час.

Здесь D — количество молей дистиллята;

(v — флегмовое число.

Отсюда

$$V = \frac{(D + vD) 22,4T}{273P} \text{ м}^3/\text{ч}, \quad (\text{VI—15})$$

где 22,4 — объем 1 кмоль пара при 0°C и давлении 760 мм рт. ст., м^3 ;

T — абсолютная температура пара, $^\circ\text{K}$;

P — его давление в рассматриваемом сечении колонны.

Максимальный объем пара будет в нижней части колонны. Для определения размеров деталей тарелок пользуются установленными практикой нормативами, изложенными ниже.

Определение размеров элементов тарелки

Для колпачковых тарелок бражных колонн скорость пара в щелях принимают 3,5—5 м/сек; для колпачковых спиртовых тарелок она может быть увеличена до 5—6 м/сек; скорость в отверстиях ситчатых тарелок берут равной также 5—6 м/сек.

Высота слоя жидкости для колпачковых тарелок бражных колонн рекомендуется 50—70 мм, для ситчатых 30—35 мм.

Скорость течения жидкости на тарелках колонны 0,07—0,1 м/сек. Ширина слоя жидкости на тарелках (ширина потока) для бражных колонн должна быть не более 200 мм.

При расчете ситчатых тарелок необходимо выбирать диаметр отверстий и расстояние между отверстиями. За оптимальные (для спиртовых колонн) можно принять размеры отверстий 2,5—3,5 мм. Расстояние между отверстиями принимают от 12 до 15 мм. Отверстия располагают по вершинам равносторонних треугольников. Для бражных колонн диаметр отверстий равен 10—11 мм.

Для бражных колонн практически установлена норма: на каждые 100 дал бражки в час приходится 80 мм периметра сливного стакана, при этом диаметр стакана не может быть меньше 90—100 мм. Для спиртовых колонн при подсчете сечения стакана пользуются уравнением:

$$Q - 1,8l\Delta h^{3/2}, \quad (\text{VI}-16)$$

где Q — пропускная способность стакана, м³/сек;
 l — периметр слива, м;
 Δh — высота жидкости над обрезом стакана, м.

При помощи формулы (VI—16) можно определить статическую высоту жидкости Δh над обрезом стакана.

Сечение сливных стаканов рекомендуется устанавливать также по скорости в них флегмы. Скорость берут в пределах 0,1—0,2 м/сек.

Ниже приводятся примерные расчеты элементов тарелок брагоперегонных аппаратов.

Пример 5. Для условий примера 4 (см. стр. 180) определить размеры колпачковой тарелки двойного кипячения для брагоперегонного аппарата производительностью 1000 дал спирта в сутки (считая на безводный).

Определим диаметр колонны. Примем расстояние между тарелками h равным 250 мм, а глубину барботажного слоя $z = 37,5$ мм.

По формуле (VI—13) найдем скорость пара в межтарелочном пространстве:

$$\omega = \frac{0,305 \cdot 250}{60 + 0,05 \cdot 250} = 0,012 \cdot 37,5 = 0,6 \text{ м/сек.}$$

Для определения диаметра колонны и тарелки найдем объем паров, поднимающихся в колонне.

Объемы пара, поднимающегося в бражной и спиртовой части колонны, будут несколько различны, так как часть пара, поднимающегося в бражной

колонне, конденсируется на тарелке питания; кроме того, давление и температура пара будут различными. Поэтому найдем объем пара для каждой из колонн.

В бражную колонну поступает, согласно примеру 4, 22,55 кг пара на 100 кг бражки. В аппарат поступает бражки (M):

$$\frac{10\,000 \cdot 0,79 \cdot 100}{24 \cdot 7,5} = M \text{ кг/ч.}$$

В этом уравнении 0,79 — относительная плотность безводного спирта при $t = 20^\circ \text{C}$; 7,5 — % мас. спирта в бражке. Отсюда $M = 4370 \text{ кг/ч}$. Согласно примеру 4, расход греющего пара давлением 1,45 бар составляет 22,55 кг на 100 кг бражки, или $43,7 \cdot 22,55 = 980 \text{ кг/ч}$.

Поступивший в колонну пар конденсируется, и за счет его тепла образуется пар давлением 1,15 бар. Количество его будет больше на величину $\frac{i_1}{i_2}$, где i_1 и i_2 — теплосодержание пара при 1,45 и 1,15 бар. Относительная плотность водяного пара при 1,15 бар составляет 0,66 кг/м³.

Отсюда

$$V = \frac{642,7 \cdot 980}{1639 \cdot 0,66} = 1490 \text{ м}^3/\text{ч.}$$

Объем паров, поднимающихся в спиртовой колонне, может быть найден по уравнению (VI—15). В этом уравнении D — количество молей сырья за час — равно

$$D = \frac{10\,000 \cdot 100 \cdot 0,79}{83,1 \cdot 36,5 \cdot 21} = 10,8 \text{ кмол/ч.}$$

Здесь 0,79 — относительная плотность безводного спирта;

83,1 — содержание спирта в сырье, % мас.;

36,5 — средняя молекулярная масса сырья.

Согласно примеру 4, флегмовое число $v = 3$. Абсолютная температура паров при крепости их 88% об. равна 352°K . Давление паров вверх колонны примем равным 1,05 бар. Отсюда по формуле (VI—15) находим:

$$V = \frac{V(10,8 + 3 \cdot 10,8) 22,4 \cdot 352}{273 \cdot 1,05} = 1190 \text{ м}^3/\text{ч.}$$

Рассчитаем основные размеры тарелки для бражной части. Диаметр тарелки находим по уравнению (VI—14)

$$d = \sqrt{\frac{V \cdot 4}{\pi \omega \cdot 3600}} = \sqrt{\frac{1490 \cdot 4}{3,14 \cdot 0,6 \cdot 3600}} = 0,94 \text{ м.}$$

Рассчитаем основные размеры тарелки двойного кипячения (рис. VI—13). Примем ширину b равной 150 мм, а расстояние до стенки колонны $c = 80 \text{ мм}$. Диаметр колпака $d_1 = 940 - 2(150 + 80) = 480 \text{ мм}$. Определим высоту паровых выпускных щелей h_1 , приняв скорость выхода пара равной 3,5 м/сек. Площадь сечения щелей должна быть равна

$$\frac{1490}{3600} : 3,5 = 0,118 \text{ м}^2.$$

Периметр, по которому пар выходит из-под колпака и воротника, равен

$$L = \pi(d_1 + 2b) + \pi d_1 = 2\pi(d_1 + b) = 3,96 \text{ м}$$

Отсюда $h_1 = 0,118 : 3,96 = 0,03$ м, или 30 мм. Высота слоя жидкости на тарелке складывается из высоты паровыпускной щели h_1 и глубины барботажа, которая принимается равной 37,5 мм. Общая высота будет $h_2 = h_1 + 37,5 = 30 + 37,5 = 67,5$ мм.

Высоту горловины h_3 принимаем равной $h_2 + 20$ мм = 67,5 + 20 = 87,5 мм ≈ 90 мм.

Определим скорость течения жидкости на тарелке.

Количество жидкости, стекающей в бражной колонне, складывается из количества бражки (М) и флегмы (Ф). Количество бражки найдено выше равным 4370 кг/ч.

Количество флегмы в молях, согласно примеру 4, равно $L_2 = 0,74$ на 100 кг бражки, количество молей конденсата пара, идущего на догрев бражки, $L_3 = 0,224$ на 100 кг бражки. Следовательно, в бражной колонне стекает

$$\frac{(0,74 + 0,224) 4370}{100} = 42 \text{ моля жидкости в час.}$$

Гирняв, что жидкость эта имеет ту же концентрацию спирта, что и бражка на питающей тарелке, т.е. 9% мас., найдем массовый поток $42 \cdot 19,2 \approx 800$ кг/ч.

Общее количество стекающей жидкости равно $4370 + 800 = 5170$ кг/ч. При средней относительной плотности жидкости, содержащей 9% мас. спирта и некоторое количество сухих веществ, равной 1, найдем объем стекающей жидкости, равный 5,17 м³/ч.

Отсюда расчетная скорость течения жидкости на тарелке составит

$$\frac{5,17}{3600 \cdot 2 \cdot 0,0675 \cdot 0,15} = 0,07 \text{ м/сек,}$$

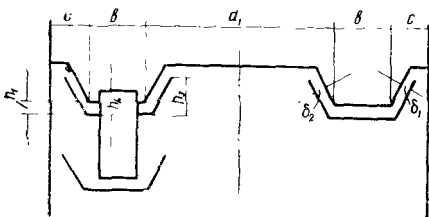


Рис. VI-13. Схема тарелки двойного кипячения.

т.е. скорость приемлемая.

Высоту Δh жидкости над обрезом сливного стакана можно определить по формуле (VI—16).

Периметр слива находим по эмпирическому правилу: на каждые 100 дал бражки в час должно приходиться 80 мм периметра слива. В нашем случае через стакан сливается 5170 л, или 517 дал.

Отсюда периметр сливного стакана равен:

$$\frac{517}{100} 80 = 410 \text{ мм, или } 0,41 \text{ м.}$$

Теперь по формуле (VI—16) находим:

$$\Delta h = \sqrt[3]{\left(\frac{Q}{1,8l}\right)^2} = \sqrt[3]{\left(\frac{5,17}{1,8 \cdot 0,41}\right)^2} = 0,008 \text{ м, или } 8 \text{ мм.}$$

Высота сливного стакана h_4 будет равна $h_2 - 8$ мм = 67,5 — 8 ≈ 60 мм. Стакан по конструктивным соображениям выполняют овальной формы. Расстояние между хвостом стакана и нижней тарелкой принимаем равным 35 мм. Глубина погружения стакана в флегму будет равна 67,5 — 35 = 32,5 мм.

Величины δ_1 и δ_2 (см. рис. VI—13) берут не менее h_1 .

Пример 6. Определить основные размеры многоколпачковой тарелки спиртовой части колонны рассмотренного в примерах 4 и 5 аппарата.

На рис. VI—14 изображена схематическая тарелка колонны, а на рис. VI—15 — схема отдельного колпачка.

Так как диаметр спиртовой колонны из конструктивных соображений берется равным диаметру бражной колонны, то скорость паров в ее свободном сечении будет меньше, чем в бражной колонне. Найдем эту скорость. Объем паров равен $1190 \text{ м}^3/\text{ч}$, диаметр колонны $0,94 \text{ м}$. Отсюда

$$\omega = \frac{1190}{3600} : \frac{3,14 \cdot 0,94^2}{4} = 0,475 \text{ м/сек.}$$

Для этой скорости по уравнению (VI—13) при глубине барботажа $37,5 \text{ мм}$ найдем, что расстояние между тарелками равно 200 мм .

Площадь сечения горловины примем равной 12% от площади всего сечения колонны. Тогда скорость пара в горловинах будет равна $4,00 \text{ м/сек.}$

Общая площадь горловин будет равна

$$f = \frac{3,14 \cdot 0,94^2}{4} \cdot 0,12 = 0,83 \text{ м}^2.$$

Примем диаметр горловины d_2 равным 60 мм . Тогда число колпачков будет равно:

$$Z = \frac{0,83 \cdot 4}{3,14 \cdot 0,06^2} \approx 29.$$

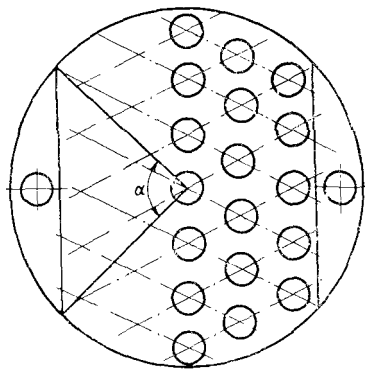


Рис. VI-14. Схема многоколпачковой тарелки.

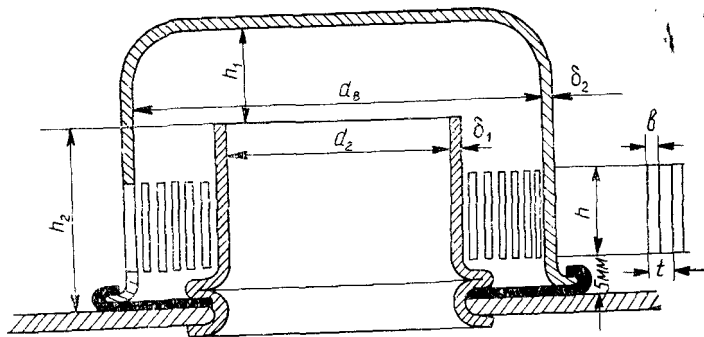


Рис. VI-15. Схема колпачка многоколпачковой тарелки.

Принимая диаметральную систему слива (см. рис. VI—14), располагаем колпачки в шахматном порядке. Сливные перегородки располагаем так, что площадь каждого сегмента будет равна $\sim 10\%$ от общей площади сечения колонны. В этом случае центральный угол α будет равен 93° . Найдем разме-

ры элементов отдельного колпачка (см. рис. VI—16). Обозначим: площадь паровой горловины

$$S_1 = \frac{\pi \cdot d_2^2}{4} \text{ м}^2;$$

площадь прохода между верхом горловины и колпачком

$$S_2 = \pi d_2 h_1 \text{ м}^2;$$

площадь кольца между боковыми стенками

$$S_3 = \frac{\pi}{4} [d_в^2 (d_2 + 2\delta_1)^2] \text{ м}^2;$$

площадь прорезов колпачка

$$S_4 = hbZ \text{ м}^2,$$

где h — высота, b — ширина прорезов, а Z — их количество. Колпачок конструируется исходя из условия

$$S_1 = S_2 = S_3 = S_4.$$

На основании этих соотношений можно написать

$$\frac{\pi d_2^2}{4} = \pi d_2 h_1,$$

или, подставляя значения d_2 в мм, имеем:

$$\frac{3,14 \cdot 60^2}{4} = 3,14 \cdot 60 h_1,$$

откуда $h_1 = 15$ мм.

Величина внутреннего диаметра колпачка находится из уравнения:

$$\frac{\pi d_2^2}{4} = \frac{\pi d_в^2}{4} - \frac{\pi (d_2 - 2\delta_1)^2}{4}.$$

Принимая $\delta_2 = 1,5$ мм, имеем $d_2 = 86$ мм.

Принимая $\delta_2 = 2,0$ мм, находим, что наружный диаметр $d_н = 86 + 2,0 \cdot 2 = 90$ мм.

Периметр колпачка будет равен $\pi d_н = 3,14 \cdot 90 = 282$ мм. Высоту прорези примем равной 20 мм. Ширину прорези b берем равной 3 мм. Площадь одной

прорези равна $3 \times 20 = 60$ мм². Общая площадь прорезей равна $\frac{\pi d_2^2}{4} =$

$$= \frac{3,14 \cdot 60^2}{4} = 2820 \text{ мм}^2. \text{ Число прорезей равно } 2820 : 60 = 47.$$

Прорези, как видно из рис. VI—15, расположены несколько выше уровня тарелки, на величину тройной толщины материала горловины и колпачка, т. е. на $1,5 \times 3 = 4,5 \div 5$ мм.

Колпачки расположены в шахматном порядке в пять рядов, как это показано на рис. VI—14. Расстояние между осями колпачков принимается равным 130 мм. Тогда расстояние между колпачками равно 40 мм. Длина сливной перегородки, согласно рис. VI—14, равна 640 мм. Угол α приблизительно равен 90°. Находим высоту жидкости над сливной перегородкой по уравнению (VI—16). Количество стекающей жидкости согласно примеру 5 приблизительно равно 800 кг/ч, или около 800 л/ч, или 0,00022 м³/сек.

Отсюда

$$\Delta h = \sqrt[3]{\left(\frac{0,00022}{1,8 \cdot 0,64}\right)^2} = 0,0042 \text{ м,}$$

или $4,2 \text{ мм} \approx 4 \text{ мм}$. Принимаем 5 мм .

Согласно принятому, глубина барботажа равна $37,5 \text{ мм}$.

Если принять, что прорези колпачков открыты на $\frac{2}{3}$ их высоты, то глубина жидкости на тарелке составит

$$5 + \frac{1}{3} \cdot 20 + 37,5 = 50 \text{ мм.}$$

Высота сливной перегородки $50 - 5 \text{ мм} = 45 \text{ мм}$. Высоту перегородки в приемной части принимаем равной 50 мм .

Для стока флегмы устанавливаем сливной стакан. Высоту выступа его над плоскостью тарелки принимаем 5 мм . Диаметр определяем, задавшись скоростью жидкости в нем, равной $0,1 \text{ м/сек}$:

$$d = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,00022}{0,1 \cdot 3,14}} = 0,08 \text{ м, или } 80 \text{ мм.}$$

Для удобства слива берем два стакана с $d = 60 \text{ мм}$. Расстояние хвоста стакана от поверхности тарелки берем равным 25 мм .

Высоту горловины принимаем на 10 мм больше высоты сливной перегородки, т.е. $45 + 10 = 55 \text{ мм}$. Общая высота колпачка (см. рис. VI-15) равна $h_2 + h_1 + \delta_2 = 55 + 15 + 2 = 72 \text{ мм}$.

Пример 7. Определим основные размеры ситчатой тарелки для условий предыдущего примера. Схема ситчатой тарелки представлена на рис. VI-16.

Принимая высоту барботажа $37,5 \text{ мм}$ и, пользуясь формулой (VI-13), найдем величину диаметра тарелок такой же, как и в предыдущем примере. Расстояние между тарелками берем то же, что и в примере 6.

Примем диаметр отверстия равным 4 мм , скорость пара в отверстиях w равной 5 м/сек . Общая площадь отверстий составляет $\frac{V}{3600} : w$, где V — часовой объем пара, проходящий через отверстия.

$\frac{1190}{3600} : 5 = 0,065 \text{ м}^2$. Живое сечение тарелки равно $f : F$, где F — площадь сечения колонны.

$$F = \frac{\pi D^2}{4} = \frac{3,14 \cdot 0,94^2}{4} \approx 0,695 \text{ м}^2;$$

$$\frac{f}{F} = \frac{0,065}{0,695} \approx 9,35\%.$$

Длину сливной перегородки, как и в предыдущем примере, принимаем равной $0,64 \text{ м}$. Примем центральный угол $\alpha = 90^\circ$. Тогда площадь двух сегментов, не имеющих отверстий, равна

$$f_1 = 2 \left[\frac{1}{2} R^2 \left(\frac{\pi}{2} - \sin \alpha \right) \right],$$

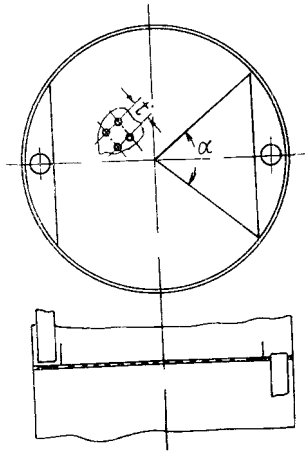


Рис. VI-16. Схема ситчатой тарелки.

где R — радиус тарелки, α — центральный угол (см. рис. VI—16). Отсюда имеем:

$$f_1 = 2 \left[\frac{1}{2} 0,47^2 (1,57 - 1) \right] = 0,125 \text{ м}^2.$$

Отсюда площадь, занятая отверстиями, составит $0,695 - 0,125 = 0,570 \text{ м}^2$. Число отверстий: $0,065 : f_0$, где f_0 — площадь одного отверстия.

$$f_0 = \frac{\pi d^2}{4} \text{ мм} = 12,5 \text{ мм}^2.$$

Число отверстий $n = 65900 : 12,5 = 5200$.

На каждое отверстие приходится часть площади тарелок, занятой отверстиями:

$$570\,000 : 5200 \approx 110 \text{ мм}^2 = f_2.$$

Если отверстия расположены так, что центры их лежат на вершинах равносторонних треугольников, то шаг может быть найден по уравнению:

$$t = 1,07 \sqrt{f_2} = 1,07 \sqrt{110} = 11 \text{ мм}.$$

Высота жидкости над сливной перегородкой находится по уравнению (VI—16) равной 5 мм. Следовательно, высота сливной перегородки равна $37,5 - 5 = 32,5 \text{ мм}$. Высота приемной сливной перегородки принимается на 5 мм выше, т. е. 37,5 мм. Расстояние между хвостом стакана и плоскостью тарелки принимаем равным 20 мм. Размеры сливных стаканов определяются так же, как в предыдущем примере.

§ 3. НОРМЫ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ БРАГОПЕРЕГОННЫХ АППАРАТОВ

Производительность брагоперегонных аппаратов зависит от ряда факторов: числа тарелок, расстояния между ними, крепости полученного сырца, конструкции тарелок, характера бражки и ее крепости, размеров аппарата.

Учесть все эти многообразные факторы при нормировании работы аппарата не представляется возможным. Поэтому в качестве определяющих факторов выбирают те, которые считают наиболее существенными.

Ниже приводится таблица производительности одноколонных брагоперегонных аппаратов, утвержденная Госпланом СССР 28 ноября 1959 г. (табл. VI—10).

Приведенные нормативы учитывают далеко не все факторы, определяющие производительность аппарата. В частности, они не учитывают такого важного фактора, как расстояние между тарелками. А между тем именно этот фактор определяет скорость пара в колонне, а следовательно, и ее производительность. Не учитывается также и характер бражки. При сильном вспенивании бражки наблюдается переброс пены на нижележащие тарелки, что заставляет уменьшать скорость пара, а следовательно, и производительность аппарата.

Следует отметить, что при определении производительности аппаратов по формулам (VI—14, VI—15) она оказывается вы-

Таблица VI-10

Производительность брагоперегонных аппаратов (в дал спирта в сутки)
на каждые 0,1 м² площади сечения бражной колонны

Диаметр бражной колонны, мм	Производительность аппаратов, имеющих						сметных
	до 13 тарелок		до 14—16 тарелок		от 17 и более тарелок		
	с одинарной вываркой	с двойной вываркой	с одинарной вываркой	с двойной вываркой	с одинарной вываркой	с двойной вываркой	
До 620	140	170	160	190	180	220	—
От 620 до 800	130	140	140	165	150	180	—
От 800 до 950	110	130	125	150	135	165	—
От 950 до 1200	105	125	110	135	125	150	200
От 1200 и более	—	110	—	125	—	135	180

ше, чем дано в табл. VI—10. Это указывает на то, что брагоперегонные аппараты, как правило, имеют некоторый запас производительности, который может быть реализован при хорошей работе аппарата.

§ 4. РАСХОД ПАРА И ВОДЫ НА БРАГОПЕРЕГОННЫЕ АППАРАТЫ

Расход пара на брагоперегонные аппараты определяется следующими факторами: крепостью бражки и сырца, числом тарелок и их к. п. д., температурой поступающей бражки.

Крепость сырца связана с флегмовым числом аппарата. Для получения более крепкого сырца требуется увеличить флегмовое число, что в свою очередь потребует увеличения расхода пара.

Чем больше число теоретических контактов (теоретических тарелок), тем эффективнее работает аппарат и тем меньше может быть флегмовое число. Следовательно, улучшение конструкции контактных устройств и увеличение их числа уменьшают расход пара.

Однако, если слишком увеличить число тарелок, то это поведет к удорожанию аппарата и увеличению высоты помещений.

До революции на заводах России были установлены аппараты многочисленных фирм (Виганда, Борман—Шведе, Мюллера и Фугельзанга и т. д.). Они характеризовались большим расходом пара, что главным образом объяснялось недостаточным числом тарелок и особенно недостаточным использованием тепла флегмовых паров. Это приводило к тому, что на аппарат поступала бражка с низкой температурой и на ее догрев требо-

вался большой расход тепла. Недостаток тарелок требовал работы с увеличенным флегмовым числом, что также вызывало большой расход пара. По определениям, проведенным бригадой КТИППа, аппараты старых конструкций имели очень большой расход пара: от 36 до 42 кг на 10 кг безводного спирта, или от 29 до 34,5 кг на 1 дал.

В 1927 г. Украинский трест спиртовой промышленности провел конкурс на проект брагоперегонного аппарата [12]. Лучшим из представленных на конкурс был признан проект, разработанный Н. М. Кузнецовым и Е. А. Алексеевым.

Аппарат этот получил широкое распространение на наших заводах. Расход пара в нем составляет 22,5 кг на 10 кг безводного спирта в бражке, или 18 кг/дал безводного спирта. Такой малый по сравнению с другими аппаратами расход пара объясняется нагревом бражки до высокой температуры в дефлегматоре за счет теплоты конденсирующихся в нем водно-спиртовых паров.

Имеет также значение то обстоятельство, что аппарат имеет 16—17 выварных тарелок и 8 спиртовых. Кроме того, дефлегматор имеет 14 рядов горизонтальных труб, что примерно эквивалентно 2 тарелкам. Флегмовое число, при котором работает аппарат Кузнецова — Алексеева, весьма близко к минимальному, так как число тарелок в аппарате велико, а конструкция их целесообразна.

В 1953 г. было проведено испытание медного одноколонного брагоперегонного аппарата конструкции Гипроспирта. Аппарат имел 18 тарелок двойного кипячения в бражной части и 25 многоколпачковых тарелок в спиртовой. В табл. VI—11 приведены некоторые данные о расходе пара в этом аппарате.

Таблица VI-11
Расход пара в одноклонном брагоперегонном аппарате Гипроспирта

Номер опыта	Крепость, % об.		Расход на 1 дал безводного спирта, кг		Производительность аппарата, дал безводного спирта в ч
	бражки	спирта	пара	воды	
1	7,34	89,7	24,8	106,0	80,0
2	8,07	89,4	22,8	90,0	86,3
3	9,51	89,2	19,7	84,5	94,6
4	8,71	89,1	21,8	102,0	65,54
5	7,97	90,3	22,1	131,0	59,46

Температура воды, поступающей в аппарат, колебалась в пределах 4—7° С, что можно считать постоянной. Давление пара колебалось в пределах 0,75—2,2 бар.

По результатам испытаний составлена формула для определения расхода пара на этот тип аппарата [13].

$$D = 41 - 2,27 a \text{ кг/дал безводного спирта, (VI—17)}$$

где D — расход нормального пара, кг/дал безводного спирта;
 a — крепость бражки, % об.

Формула справедлива при крепости сырца 89% об. и полной нагрузке аппарата [13].

§ 5. ОБ ЭКОНОМИЧНОЙ СКОРОСТИ ПАРА В БРАГОПЕРЕГОННЫХ АППАРАТАХ

Изучая механизм процесса перегонки, можно прийти к заключению, что при увеличении расстояния между тарелками и увеличении скорости паров может быть достигнуто значительное повышение производительности аппарата [14]. Это связано с тем, что при увеличении расстояния между тарелками значительно уменьшается унос на вышележащие тарелки и скорость пара в свободном сечении аппарата может быть взята значительно большей. Это видно хотя бы из формулы (VI—13) для определения оптимальной скорости пара (см. стр. 186).

Из анализа этого уравнения видно, что при увеличении H непрерывно растет w .

Выбирая при проектировании колонны малые расстояния между тарелками, мы тем самым ориентируемся на малые скорости пара, что ведет к увеличению диаметра аппаратов. Таким образом, проектируемая колонна получается большого диаметра и малой высоты. Возникает вопрос, не будет ли целесообразнее проектировать колонны с большими расстояниями между тарелками и большей скоростью паров в свободном сечении, а следовательно, и меньшего диаметра.

Вопрос этот неоднократно ставился автором [8, 14, 15, 16] и на основании теоретического анализа и практических данных им доказана целесообразность увеличения расстояния между тарелками.

Можно с удовлетворением отметить, что в некоторых отраслях промышленности это целесообразное направление в проектировании и сооружении колонн получило признание и колонны проектируются с большими расстояниями между тарелками. Более того, в ряде отраслей промышленности удалось повысить производительность колонн путем удаления тарелок через одну. Это простое мероприятие ведет к увеличению производительности. В качестве примера целесообразности такого мероприятия можно привести работу, проведенную на одном из заводов синтетического каучука [17].

На этом заводе была установлена колонна диаметром 2000 и высотой 13500 мм. Колонна имела 60 тарелок (тупнельные

колпачки) с расстояниями между тарелками 200 мм. Колонна работала с неудовлетворительными показателями вследствие очень большого уноса, достигавшего 1 кг жидкости на 1 кг пара.

В связи с этим колонна была заменена другой, имевшей диаметр 2000 мм, высоту 22200 мм, число тарелок 50 и расстояние между ними 400 мм; конструкция тарелок та же, что и в первой колонне. Масса первой колонны была 28,8 т, а второй — 31,65 т.

Сравнительные испытания показали, что производительность новой колонны выше в 1,6—1,7 раза. Если же отнести производительность колонны к ее массе, то для первой колонны это отношение будет равно $87,8 \frac{\text{кг безводного спирта}}{\text{т металла}}$, а для второй 130 $\frac{\text{кг безводного спирта}}{\text{т металла}}$.

Удельный расход тепла в новой колонне оказался на 5—7% ниже за счет уменьшения флегмового числа.

Приведенный пример показывает, что увеличение расстояния между тарелками в отдельных случаях является меропритием, обеспечивающим повышение производительности колонных аппаратов.

Вопрос об экономичном расстоянии между тарелками и экономической скорости пара в свободном сечении рассматривался неоднократно.

Кольбури [18] предпринял теоретическое исследование этого вопроса с целью связать стоимость изготовления аппарата и величину скорости пара и уноса. Однако полученные им формулы вследствие неправильных исходных положений не имеют практического значения [15].

Более удачное решение вопроса было предложено Пиви и Бэкером [19]. Эти исследователи поставили задачу — выяснить экономичную скорость для колонны с различными расстояниями между тарелками. При этом полный коэффициент полезного действия тарелок взят ими непосредственно из опытов, стоимость же колонны — по данным фирмы Баджер.

Авторы пришли к заключению, что для американских условий при одной и той же производительности экономичнее брать колонну с большими скоростями пара между тарелками. Так, например, при производительности по пару 0,27 м³/сек колонна при расстоянии между тарелками 450 мм и оптимальной скорости пара 1,2 м/сек будет стоить 802 усл. ед. При расстоянии 300 мм и оптимальной скорости 1 м/сек стоимость ее будет 978 ед., а при расстоянии 150 мм — 2247 ед.

Автор провел аналогичные подсчеты для заводов производительностью 10, 6, 3 и 1 тыс. дал безводного спирта в сутки.

Для каждой производительности был проведен расчет аппаратного отделения, оборудованного одноклонными брагоперегонными аппаратами с различными вариантами расстояний между тарелками.

Оптимальная скорость паров между тарелками определялась из уравнения (VI—13). Для подсчета количества паров, протекающих в аппаратах, принято, что бражка во всех случаях содержит спирта 9% об., крепость спирта-сырца 88% об., барда содержит 0,01% мас. спирта. Бражка поступает в дефлегматор при 27° С и уходит из него при 75° С.

Флегмовое число принято равным 2. Исходя из этих данных, подсчитаны диаметры колонн при различных расстояниях между тарелками и при различных производительностях аппаратов. Для подсчета стоимости определяли массу колонн. Принято, что стоимость пропорциональна массе. На основании данных заводов-производителей стоимость 1 кг принята равной 1 руб. 70 коп. (совершенно ясно, что величина условная и может быть принята иная без изменения соотношения стоимости колонн, рассчитанных для различных вариантов).

Результаты подсчетов сведены в табл. VI—12.

Таблица VI-12

Соотношение стоимости брагоперегонных аппаратов различной производительности при разных расстояниях между тарелками

Производительность, дал безводного спирта в сутки	Расстояние между тарелками, мм	Скорость пара, м/сек	Условная стоимость, руб.
10 000	225	0,525	52 500
	300	0,78	49 000
	450	1,20	37 000
	600	1,58	25 000
6 000	225	0,525	28 800
	300	0,78	25 000
	450	1,20	17 500
	600	1,58	17 500
3 000	225	0,525	14 400
	300	0,78	12 100
	450	1,20	8 500
	600	1,58	8 490
1 000	225	0,525	9 100
	300	0,78	4 100
	450	1,20	4 100
	600	1,58	4 100

Анализируя эти весьма ориентировочные расчеты, все же можно прийти к заключению о большой экономичности аппаратов, работающих при больших расстояниях между тарелками и более высоких скоростях пара.

Целесообразность увеличения расстояния между тарелками подтверждается практикой эксплуатации бражных колонн с ситчатыми тарелками при расстоянии между ними 600 мм.

Согласно нормативам, принятым в спиртовой промышленности, съем продукции с 1 м² сечения этих колонн значительно превышает съем с 1 м² колонн, в которых расстояние между тарелками составляет 275—300 мм.

Все изложенное свидетельствует о целесообразности проектирования колонн с повышенными скоростями пара и увеличенным расстоянием между тарелками.

§ 6. ОБОГРЕВ КОЛОНН

В практике перегонки и ректификации в спиртовой промышленности используется преимущественно обогрев колонн открытым паром, поступающим в колонну через барботер.

Обогрев глухим паром (через поверхность нагрева) получил применение в кубовых аппаратах периодического действия и в последнее время — на некоторых мелассных заводах в бражных колоннах брагоректификационных аппаратов.

Глухой обогрев применяется также в колоннах окончательной очистки брагоректификационных и ректификационных аппаратов.

Сопоставляя обе формы обогрева колонн, можно отметить, что обогрев открытым паром конструктивно оформляется очень просто.

1. В выварной камере устанавливается колпак, как на одноколпачковых тарелках. Под него подается по трубе пар, барботирующий через края колпачка.

2. Пар подается через кольцевой барботер, по окружности которого просверливаются в несколько рядов отверстия диаметром 6—8 мм.

3. Через барботер, представляющий собой прямую трубу, расположенную по диаметру колонны. В трубе просверлены отверстия для выпуска пара, расположенные на нижней полуокружности барботера, для направления потока пара вниз.

Однако обогрев открытым паром имеет и существенные недостатки:

а) отходящая вываренная жидкость разбавляется водой, что в бражных колоннах нежелательно;

б) конденсат пара не может быть использован в производстве;

в) при применении в колоннах отработавшего пара содержащего в нем машинное масло ухудшает качество спирта;

г) при получении пара из воды, содержащей органические примеси, возможен занос их в колонну.

Ф. А. Хшановский [22] указывает, что при обогреве колонн открытым паром, полученным из воды, содержащей азотистые соединения, в колонну вместе с паром поступают моно-, ди- и триметиламины, амиды и аммиак. При наличии аммиака и его воздействия на медь аппаратов образуются окрашенные соединения, придающие спирту окраску от голубой до синей.

От этих недостатков можно избавиться при переходе на глухой обогрев. Правда, при этом возникают другие затруднения: поверхность нагрева покрывается отложениями и коэффициент теплопередачи уменьшается, но это становится серьезным препятствием только при переработке крахмалистого сырья в бражных колоннах.

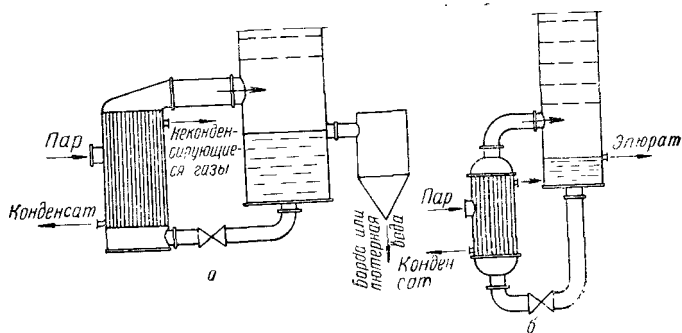


Рис. VI-17. Устройство выносных подогревателей:
а — для бражных, ректификационных и сивушных колонн, б — для колонн элюационных и окончательной очистки.

Кипятильники бражных колонн при работе на меласных бражах работают без очистки продолжительное время. Кипятильники элюационных и ректификационных колонн не загорают.

На рис. VI—17 показано конструктивное оформление выносных подогревателей для различных типов колонн.

На рис. VI—18 показана установка кипятильника, разработанная лабораторией КТИППа для меласных заводов.

П. С. Цыганков и О. Г. Муравская [20, 21] провели расчет поверхности нагрева для колонн различных типов при следующих исходных данных (табл. VI—13).

Таблица VI-13
Данные для расчета кипятильников

Показатели	Назначение колонн				
	бражная	эворац- онная	ректифи- кационная	сивушная	оконча- тельной очистки
Удельный расход пара, кг/дал безводного спирта	20	7	24	7	5
Температура кипения в вы- варной камере, °С	104	80	104	103	80
Давление греющего пара (су- хой, насыщенный), бар	1,7	1,0	1,7	1,7	1,0
Длина труб кипятильника, м	2	1,5	2	1,5	1,0

В результате подсчетов авторы рекомендуют следующие размеры поверхности нагрева кипятильников.

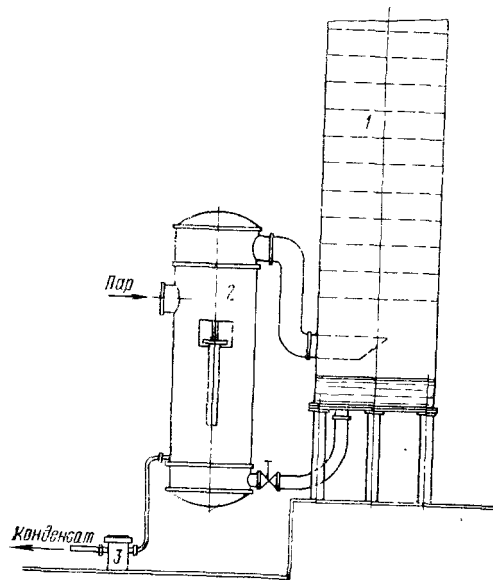


Рис. VI-18. Кипятильник КТИППа:
1 — ректификационная колонна, 2 — кипятильник
трубчатый, 3 — автоматический водотводчик.

Рекомендуемая поверхность нагрева
кипятильников на производительность
1000 дал сушки

Колонны	Поверхность нагрева, м ²
Бражная	52,8
Эворацонная	4,0
Ректификационная	18,2
Сивушная	4,6
Окончательной очистки	4,8

Принимая во внимание, что спиртовые заводы располагают паром указанных давлений, но перегретым, а также учитывая, что расчеты были проведены для медных труб, рекомендуется увеличить указанную выше поверхность нагрева на 25%.

Рекомендуется устанавливать несколько кипятильников, чтобы во время чистки одного другие обеспечивали бесперебойную работу аппарата. Крышки аппаратов должны легко открываться, чтобы можно было очищать поверхность нагрева. При реконструкции аппаратов, обогреваемых открытым паром, коммутации открытого пара следует сохранять.

Кроме описанных кипятильных устройств, получают также применение испарители воды, снабжающие колонны открытым паром [22].

Испаритель воды, вырабатывающий пар, обогревается паром, который по своим свойствам не может быть использован непосредственно в колонне.

ЛИТЕРАТУРА

1. Знаменский Г. М., Олейникова О. И. Труды КТИППа им. А. И. Микояна. Вып. 2. 1939.
2. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
3. Домарецкий В. А., Стабников В. Н. Сб. «Пищевая промышленность». № 2. Изд-во «Техника», 1965.
4. Домарецкий В. А. Влияние температуры бражки на процесс перегонки и оптимизация работы бражной колонны в спиртовом производстве. Автореферат диссертации. КТИПП, 1966.
5. Стабников В. Н., Меленьтеева И. С. «Спиртовая промышленность», 1958, № 1.
6. Peavy and Baker. Ind. and Eng. Chem. № 9, 1937.
7. Kirschbaum E., Destillier- und Rektifiziertchnik. Springer-Verlag, 1960.
8. Стабников В. Н. Механизм процесса ректификации и нормы проектирования ректификационных колонн. Диссертация. КТИПП им. Микояна, 1940.
9. Андреев К. П., Любецкая М. Н., Козловская Л. Н. Заводские испытания бражных колонн. ВНИИГС. Отчет по теме № 210, 1950.

10. Цыганков П. С. Примеры расчетов колонн брагоперегонных, брагоректификационных и ректификационных аппаратов непрерывного действия. КТИПП. Литограф. изд., 1956.
11. Попов В. И., Добросердов Л. Л., Стабников В. Н., Андреев К. П. Технологическое оборудование бродильных производств. Пищепромиздат, 1958.
12. Фукс А. А. Технология спиртового производства. Пищепромиздат, 1951.
13. Колосков С. П., Комаров А. Ф. Теплосиловое хозяйство и тепловая аппаратура спиртовых заводов. Пищепромиздат, 1954.
14. Стабников В. Н. «Кокс и химия», 1938, № 5.
15. Стабников В. Н. «Спирто-водочная промышленность», 1940, № 10, 11.
16. Стабников В. Н. «Спирто-водочная промышленность», 1934, № 2.
17. Соболев В. М., Зинин М. В. Бюллетень по обмену опытом в промышленности синтетического каучука и синтетического спирта, № 8, 1957.
18. Coulbourn A. P., Ind. and Eng. Chem., № 5, 1938.
19. Reavv and Baker. Ind. and Eng. Chem. № 5, 1938.
20. Цыганков П. С., Муравская О. Г. «Спиртовая промышленность», 1958, № 3.
21. Цыганков П. С., Муравская О. Г. Расчет поверхности теплопередачи кипятильников колонн брагоректификационных аппаратов. Информационное письмо № 11, КТИПП, 1957.
22. Хшановский Ф. А. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 6.

ДЕФЛЕГМАТОРЫ, ИХ ТЕОРИЯ И РАСЧЕТ

Дефлегматор является необходимой частью ректификационного аппарата. Основное его назначение заключается в снабжении колонны флегмой. Если колонна не питается флегмой, то пары в ней конденсируются только за счет потери тепла в окружающее пространство. Флегма, образующаяся таким путем, называется «дикой». Если предположить, что потеря тепла колонной равна нулю, то такая колонна работает без флегмы. В таком случае на тарелках колонны нет жидкой фазы и, следовательно, аппарат работает как простой куб, без укрепляющей колонны. Наличие на тарелках флегмы создает возможность многократного контакта пара и жидкости, содержащей нижекипящий компонент. Это и создает процесс сложной ректификации.

Вместе с этой основной задачей дефлегматор также укрепляет пары, поступающие в него из колонны. Это укрепление происходит: 1) за счет образования при конденсации сложной паровой смеси конденсата, обогащенного вышекипящим компонентом; 2) за счет контакта в дефлегматоре между стекающим конденсатом и паром. В этом случае на укрепляющий эффект влияет конструкция дефлегматора.

§ 1. ПРОЦЕСС ДЕФЛЕГМАЦИИ

Различают два случая дефлегмации.

1. Однократная дефлегмация. Водно-спиртовые пары, поступающие в охлаждаемое пространство, мгновенно конденсируются. При этом выпадающая жидкая фаза мгновенно выводится из контакта с оставшимся несконденсированным паром [1].

2. Постепенная дефлегмация. Процесс конденсации происходит постепенно. Образующийся конденсат не удаляется, а находится в контакте с паром.

Однократная дефлегмация. На рис. VII—1 приведена диаграмма $t-x-y$ для системы спирт — вода. Здесь на оси абсцисс откладывается содержание спирта в жидкости и в парах, на оси ординат — температура. Нижняя кривая MCN — кривая точек кипения спирто-водных растворов при нормальном давлении.

Верхняя кривая MBN дает состав равновесной паровой фазы при том или ином составе жидкой фазы.

Пусть начальное состояние пара задано точкой B_2 . Содержание н. к. в паре будет дано точкой A_2 на оси абсцисс. Равновесная с ним жидкая фаза будет содержать н. к. a_2 . Температура кипения этой жидкости будет t_2 , что легко найти по оси ординат диаграммы.

Если охладить пар до температуры t , то состояние пара и жидкости, равновесных друг другу, будет дано точками B и C .

По правилу рычага имеем: количество образовавшейся флегмы так относится к количеству оставшегося несконденсированного пара, как отрезок BD относится к CD . Это отношение равно флегмовому числу v . Концентрация н. к. в жидкости будет a , в паре — A .

Рис. VII-1. График однократной дефлегмации.

Следовательно, для определения эффективности дефлегмации необходимо задаться или температурой отходящих из дефлегматора паров, или флегмовым числом. Максимальный эффект укрепления будет в том случае, когда величина отрезка CD приближается к нулю. В этом случае почти весь пар превращается в флегму. Оставшееся небольшое количество пара будет иметь высокое содержание н. к. Флегмовое число при этом будет приближаться к бесконечности.

Когда весь пар превратится в жидкость, флегмовое число станет бесконечно большим. Концентрация спирта в жидкой фазе в таком случае станет равной концентрации его в поступивших в конденсатор парах. На рис. VII—1 это состояние изображается линией C_1B_1 .

Из рис. VII—1 видно, что при однократной дефлегмации более значительное укрепление достигается при малых концентрациях спирта в исходных водно-спиртовых парах.

Пусть концентрация спирта в поступающих в дефлегматор парах 40% мас. и температура кипения $93,8^\circ\text{C}$. Часть паров в конденсаторе конденсируется. Допустим, что флегмовое число равно 1,0. Из построения (линия CDB на рис. VII—1) находим $CD = DB$, $a = 17,5$, $A = 63,0\%$. Температура кипения $87,8^\circ\text{C}$.

Проверим результат по балансу спирта:

$$\frac{100 \cdot 40}{100} = \frac{50 \cdot 63}{100} + \frac{50 \cdot 17,5}{100}, \text{ или } 4000 \approx 4025.$$

Постепенная дефлегмация. Установим аналитическую зависимость между флегмовым числом и крепостью поступающих и уходящих из дефлегматора паров.

Пусть в дефлегматор поступает G водно-спиртовых паров с концентрацией н. к. A . Предположим, что конденсируется бесконечно малое количество паров dG . Концентрация спирта в оставшихся парах увеличится и станет равной $A+dA$. Концентрация спирта в образовавшейся флегме будет a . Напишем уравнение баланса спирта:

$$GA = (G - dG)(A - dA) + dGa. \quad (\text{VII-1})$$

Выполнив преобразования и пренебрегая дифференциалами второго порядка, получим:

$$\frac{dG}{G} = \frac{dA}{A - a}. \quad (\text{VII-2})$$

Возьмем определенный интеграл:

$$\ln \frac{G_1}{G_2} = \int_{A_2}^{A_1} \frac{dA}{A - a}, \quad (\text{VII-3})$$

где G_1 и G_2 — количество водно-спиртовых паров, имеющих концентрацию соответственно A_1 и A_2 .

Флегмовое число

$$v = \frac{F}{G_2} = \frac{G_1 - G_2}{G_2},$$

откуда

$$\frac{G_1}{G_2} = v + 1. \quad (\text{VII-4})$$

Преобразуя уравнения (VII-3), получим:

$$\ln(v + 1) = \int_{A_2}^{A_1} \frac{dA}{A - a}. \quad (\text{VII-5})$$

Подсчитаем теперь эффект укрепления водно-спиртовых паров при постепенной дефлегмации.

Интеграл в правой части уравнения вычисляем графическим методом. Для этого построим кривую функции $\frac{1}{A-a}$ в зависимости от A . Затем, измерив площадь и умножив ее на масштаб построения, найдем значения интеграла (рис. VII-2).

Подсчитаем, какое количество флегмы должно быть образовано при постепенной дефлегмации, чтобы эффект укрепления был тот же, что и при однократной дефлегмации.

Примем, как и в предыдущем примере, что $G_1 = 100$ кг, $A_1 = 40\%$ мас., $A_2 = 63\%$ мас.

Построим кривую $a=f(A)$, воспользовавшись табл. I-10. Затем построим кривую подынтегральной функции. Примем масштаб построения этой функции $1 \text{ мм} = 0,001$. Пусть, например, концентрации спирта в парах 41% мас. отвечает концентрация его в жидкой фазе 6% мас.

Тогда

$$\frac{1}{A-a} = \frac{1}{40-6} = 0,029.$$

Откладываем на оси абсцисс концентрацию спирта в парах (40%), а по оси ординат $\frac{1}{A-a} = 0,029$, а в принятом масштабе — 29 мм .

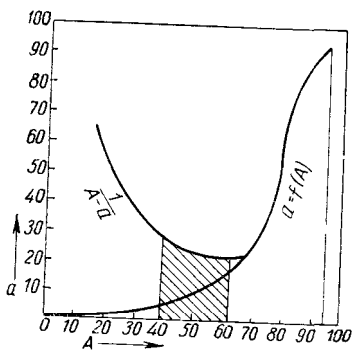


Рис. VII-2. График постепенной дефлегмации.

Проделав тот же расчет для нескольких значений A и соединив полученные точки плавной кривой, получим кривую подынтегральной функции.

Восстановив перпендикуляры из точек, отвечающих пределам интегрирования (40 и 63%), получим площадь, заштрихованную на рис. VII-2. Величина этой площади оказывается равной 550 мм^2 . Для перехода к числовому значению интеграла найдем коэффициент перехода. В нашем случае он будет равен произведению $1 \cdot 0,001$. Вся же площадь отвечает числу $0,55$.

Отсюда

$$\ln \frac{G_1}{G_2} = \ln(v+1) = 0,55.$$

Переходя от натуральных логарифмов к десятичным и выполняя вычисления, получим:

$$v = 0,74; G_2 = 57,5 \text{ кг}; 100 - G_2 = 42,5 \text{ кг}.$$

Сопоставляя полученные данные с примером, выполненным для случая однократной дефлегмации, мы видим, что при постепенной дефлегмации достигается такой же эффект укрепления, как и при однократной дефлегмации, но при меньшем флегмовом числе. В наших примерах при однократной дефлегмации флегмовое число было равно 1 , а при постепенной — $0,74$.

Следовательно, постепенная дефлегмация более эффективна в отношении укрепления паров спирта. При конструировании дефлегматоров, если мы хотим увеличить их укрепляющий эффект, нужно стремиться к тому, чтобы создать более благо-

приятные условия именно для постепенной дефлегмации. Для этого следует удлинить путь прохождения паров в дефлегматоре и уменьшить разность температур между охлаждающей водой и конденсирующимися парами.

§ 2. ПРИНЦИПЫ КОНСТРУИРОВАНИЯ ДЕФЛЕГМАТОРОВ

Основной вопрос, который должен быть решен при конструировании дефлегматора, сводится к тому, чтобы вначале установить его назначение — должен ли дефлегматор производить значительное укрепление паров или только снабжать колонну флегмой. Конечно, в последнем случае некоторое укрепление паров также будет наблюдаться, однако оно будет не целью конструирования, а только сопутствующим явлением. В том случае, если дефлегматор предназначается для укрепления паров, неизбежно усложнение его конструкции и удорожание стоимости изготовления, однако при этом число тарелок в колонне может быть уменьшено.

Если же дефлегматор будет сконструирован как простой конденсатор с меньшим укреплением паров, он будет конструктивно прост, но зато в колонне потребуется несколько большее число тарелок.

По экономическим соображениям в настоящее время предпочитают строить простые трубчатые дефлегматоры, снабжающие колонну флегмой без значительного укрепления паров.

Заметим, что в некоторых производствах дефлегматор иногда устанавливают внизу колонны и достигают полной конденсации паров, возвращая флегму в колонну насосом. При этом дефлегматор превращается в конденсатор, который совершенно не дает укрепления паров. Однако такая установка дефлегматора вызвана главным образом соображениями строительного порядка, при расположении очень высоких колонн на открытом воздухе.

В спиртовой промышленности, где колонны сравнительно невысоки и устанавливаются в закрытом помещении, дефлегматоры устанавливают всегда над колонной и придают им форму трубчатых теплообменников.

Вертикальные дефлегматоры. Этот тип дефлегматоров в настоящее время мало употребителен.

Исходя из представления о том, что дефлегматор этого типа должен дать наибольшее укрепление паров, Памкэ [2, 3] сформулировал следующие принципы его конструирования:

- 1) потоки паров и охлаждающей воды должны быть встречными;
- 2) флегма должна стекать навстречу водно-спиртовым парам;

3) флегма должна проходить из более холодной части в более нагретую.

Осуществление этих правил приводит к тому, что уже образовавшаяся флегма приходит в соприкосновение с паром и частицу вновь испаряется, что приводит к обогащению паров спиртом. Вследствие этого дефлегматор начинает работать в некоторой степени как ректификационная колонна.

В простом вертикальном трубчатом дефлегматоре могут быть осуществлены следующие направления движения флегмы, пара и охлаждающей жидкости [3, 4] (табл. VII—1).

Таблица VII-1
Конструкция вертикальных трубчатых дефлегматоров

Потоки	Варианты			
	I	II	III	IV
Флегмы	↓	↓	↓	↓
Пара	↓	↑	↓	↓
Воды	↓	↑	↑	↓

Этот тип был исследован И. М. Ройтером [3] с целью установить эффективность работы дефлегматоров как в отношении их укрепляющего эффекта, так и в отношении передачи в них тепла.

Как это видно из таблицы VII—1, в отношении укрепления паров наиболее целесообразен тип дефлегматора IV, в котором пары спирта идут снизу вверх, а флегма и жидкость текут сверху вниз.

При таком направлении воды неизбежно ухудшение теплопередачи, так как при малой скорости воды неизбежно неравномерное распределение потока по сечению.

Исследование имело своей целью выяснить, настолько ли велик укрепляющий эффект дефлегматора при таком направлении потоков, чтобы пренебрегать его теплотехнической нецелесообразностью.

С этой целью дефлегматор типа IV был исследован при различных флегмовых числах и крепости поступающих в дефлегматор паров.

Результаты исследования представлены на рис. VII—3 в виде графика. На горизонтальной оси отложено флегмовое число, на вертикальной — число теоретических укрепляющих тарелок, которому эквивалентен дефлегматор по своему укрепляющему действию.

Крепость поступающего в дефлегматор пара (в % об.) показана на кривых рис. VII—3.

Как можно видеть на графике, укрепляющий эффект дефлегматора невелик. Так, при крепости дистиллята 95,5% об. и флегмовом числе 3,5, т. е. в условиях работы ректификационных аппаратов, дефлегматор производит укрепление, соответствующее 3 ступеням концентрации.

При крепости 87% об. и $v=1,5 \div 2,5$, т. е. в условиях работы брагосепарационных аппаратов, дефлегматор эквивалентен примерно 1-2 ступеням концентрации.

Таким образом, укрепляющий эффект дефлегматора исследованного типа невелик и при переводе на производственные тарелки примерно соответствует 3-4 тарелкам для дефлегматоров ректификационных колонн и 2-3 для дефлегматоров брагосепарационных аппаратов.

Что касается коэффициента теплопередачи в дефлегматорах с направлением охлаждающей воды сверху вниз, то он оказался равным 200—210 ккал/(м²·ч·град) [840—880 кдж/(м²·ч·град)], тогда как при противоположном направлении воды он становится равным 380—400 ккал/(м²·ч·град) [1550—1680 кдж/(м²·ч·град)].

Поэтому поверхность охлаждения дефлегматора возрастает при прочих равных условиях в 2 раза. При равных же поверхностях охлаждения потребуется увеличить расход охлаждающей воды на 45—50%.

Вследствие изложенного автор исследования предлагает:

1) при конструировании вертикальных дефлегматоров руководствоваться требованиями теплотехники и направлять охлаждающую воду снизу вверх (тип II);

2) в тех аппаратах, где вода в дефлегматоры подается сверху вниз, переменить направление воды, что должно повести к уменьшению ее расхода на 45—50%. Крепость же спирта, по мнению автора, не должна изменяться вследствие большого числа тарелок в колонне.

Горизонтальный дефлегматор. Наиболее распространенным в настоящее время типом дефлегматора является дефлегматор с трубками, расположенными горизонтально. По-

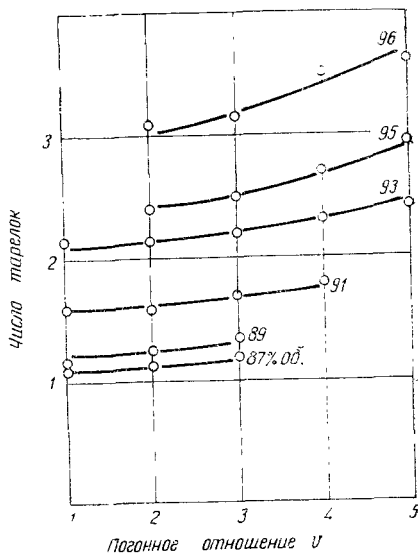


Рис. VII-3. Эффективность вертикальных дефлегматоров.

верхность охлаждения такого дефлегматора, если она велика, располагается в нескольких кожухах (барабанах), устанавливаемых один над другим и соединенных для прохода пара горловинами.

Горизонтальные дефлегматоры имеют то преимущество перед вертикальными, что они более удобны при очистке поверхностей нагрева и для их установки требуются при одинаковой площади менее высокие помещения.

Двухбарабанный горизонтальный дефлегматор был показан на рис. VI—3. Как видно из этого рисунка, это многоходовый теплообменник, снабжаемый иногда линзовым компенсатором для устранения термических напряжений. Флегма стекает по трубкам дефлегматора навстречу поднимающимся парам, что обеспечивает контакт между паром и жидкостью.

Следует отметить как положительное явление, что при конструировании горизонтального дефлегматора в виде многоходового теплообменника удается увеличить скорость течения жидкости в трубах, что ведет к увеличению коэффициента теплоотдачи.

Дефлегматоры этого типа, работающие в спиртовом производстве, исследовались в отношении их коэффициентов теплопередачи [5] П. С. Цыганковым и И. Ф. Малезиком.

Укрепляющее действие их, а также теплотехнические характеристики изучались В. А. Маринченко и В. Н. Стабниковым [6, 7]. Исследование проводилось на экспериментальной установке полупроизводственного типа. Исследованный дефлегматор имел поверхность $1,62 \text{ м}^2$. Длина горизонтальных медных трубок составляла 1300 мм , внутренний диаметр их был равен 32 мм при толщине стенок $1,5 \text{ мм}$. Расстояние между осями трубок 50 мм .

Найдено, что укрепляющий эффект дефлегматоров с горизонтальными трубками невелик. Так, при работе в режиме, соответствующем бражной колонне, один ряд трубок оказался эквивалентен по укрепляющему действию $0,04—0,07$ теоретических тарелок. При работе в режиме ректификационной и элюационной колонн один ряд трубок был эквивалентен по укрепляющему эффекту $0,06—0,09$ теоретических тарелок. Поэтому имевшееся ранее представление о том, что два ряда труб эквивалентны одной производственной тарелке (при к.п.д. $0,5$ это будет соответствовать $0,5$ теоретической тарелки) неверно.

Вместе с тем было выяснено, что дефлегматор с горизонтальными трубками оказывает существенное влияние на концентрирование альдегидов. Так, дефлегматор элюационной колонны с 14 рядами горизонтальных трубок оказался эквивалентен по укрепляющему действию 10 реальным тарелкам. То же наблюдалось и при работе в режиме ректификационной колонны.

В отношении концентрирования эфиров влияние дефлегматора было значительно меньше и соответствовало 2—3 реальным тарелкам.

Вследствие незначительного эффекта укрепления, производимого дефлегматорами с горизонтальными трубками, можно сделать вывод, что при конструировании их следует руководствоваться требованиями теплотехники [6, 7]. Это совпадает с рекомендациями И. М. Ройтера в отношении дефлегматоров с вертикальными трубками [3].

Для определения коэффициента теплопередачи в дефлегматорах, где охлаждающей средой является зерно-картофельная бражка, поступающая на перегонку, пользовались эмпирическим уравнением [4]:

$$K = B \sqrt[3]{\omega^2} \text{ ккал}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град}), \quad (\text{VII}-6)$$

где B для стальных труб принималось равным 610 и для медных 710;

ω — скорость бражки, $\text{м}/\text{сек}$.

В системе СИ это уравнение будет иметь следующий вид

$$K = 4,2B \sqrt[3]{\omega^2} \text{ кДж}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град}).$$

П. С. Цыганков и И. Ф. Малежик [5] провели исследование коэффициента теплопередачи в подогревателях мелассной бражки. Опыты проводились в начале, середине и конце производственного периода на трехбарабанном подогревателе с поверхностью нагрева $32,5 \text{ м}^2$. Медные трубки подогревателя имели диаметр $46/50 \text{ мм}$ при шаге 75 мм . Число ходов в каждом барабане равно 10.

Было установлено, что эмпирическое уравнение (VII-6) дает значения K , значительно меньшие, чем найденные экспериментально. Поэтому эта формула не рекомендуется для расчета бражных подогревателей мелассных заводов. Она не может быть рекомендована и для дефлегматоров брагоперегонных аппаратов этих заводов.

Авторы рекомендуют применять для расчета коэффициента теплопередачи уравнение

$$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1} + \frac{1}{\alpha_2} + \frac{\delta}{\lambda}} \text{ ккал}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град}), \quad (\text{VII}-7)$$

где α_1 — коэффициент теплоотдачи от конденсирующихся паров к стенке, $\text{ккал}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град})$;

α_2 — коэффициент теплоотдачи от стенки к бражке, $\text{ккал}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град})$;

δ — толщина стенки, м ;

λ — теплопроводность материала стенки, $\text{ккал}/(\text{м} \cdot \text{ч} \times \times \text{град})$.

Коэффициент теплоотдачи α_1 рекомендуется определять по формуле

$$\alpha_1 = 0,72 \sqrt[3]{\frac{3600\rho^2\lambda^2r}{\mu d\Delta t_1}} \text{ ккал}/(\text{м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град}), \quad (\text{VII}-8)$$

где ρ — плотность конденсата, $\text{кг}/\text{м}^3$;
 λ — теплопроводность конденсата, $\text{ккал}/(\text{м} \cdot \text{ч} \cdot \text{град})$;
 r — теплота конденсации, $\text{ккал}/\text{кг}$;
 μ — вязкость конденсата, $\text{кг} \cdot \text{сек}/\text{м}^2$;
 d — наружный диаметр труб, м ;
 Δt_1 — разность температур конденсирующегося пара и стенки, град .

При крепости спирта в конденсате более 40% об. для определения α_1 рекомендуется номограмма, составленная И. М. Ройтером и Г. Е. Руденко-Грицюк [8] (рис. VII—4).

Скорость течения бражки в трубах была найдена равной от 1,26 до 1,68 $\text{м}/\text{сек}$. Поэтому для определения α_2 рекомендуется уравнение В. Н. Тимофеева [5] для турбулентного потока:

$$\text{Nu} = 0,0209 \text{Re}^{0,8} \text{Pr}^{0,45}. \quad (\text{VII}-9)$$

Полученное по уравнениям (VII—7—VII—9) значение коэффициента теплопередачи больше найденного из опыта.

Авторы исследования объясняют это тем, что на наружной поверхности трубок, обращенной к конденсирующимся спиртовым парам, откладываются загрязнения. Они представляют собой плотную пастообразную массу черного цвета, нерастворимую в воде, но хорошо растворимую в сивушном масле. Толщина слоя составляет 0,5—0,7 мм . Он образуется в первые 3—5 суток эксплуатации подогревателя и остается постоянным в течение всей работы подогревателя.

Поэтому для определения истинного значения коэффициента K предлагается значение его, полученное из уравнений (VII—7—VII—9), умножить на коэффициент использования поверхности нагрева бражного подогревателя, равный 0,7.

Очевидно, та же методика приемлема для определения коэффициента теплопередачи дефлегматора брагоперегонного аппарата, работающего на мелассной бражке.

В. А. Маринченко и В. Н. Стабников [6], исследуя описанный выше дефлегматор полупроизводственного типа, охлаждаемый водой, нашли, что при увеличении скорости охлаждающей воды коэффициент теплопередачи возрастает до определенного предела, а при дальнейшем увеличении ее остается постоянным. Эта предельная скорость для условий бражной колонны равна 1,5 $\text{м}/\text{сек}$, а для дефлегматоров эшурационной и ректификацион-

ной колонн $0,5 \div 0,6$ м/сек. При этих значениях скорости воды коэффициент K достигает максимально возможного значения. Для бражных подогревателей он найден равным $1800 \div 2150$ ккал/(м²·ч·град) [7550 ÷ 9050 кдж/(м²·ч·град)], для дефлегматоров эшорационных и ректификационных колонн

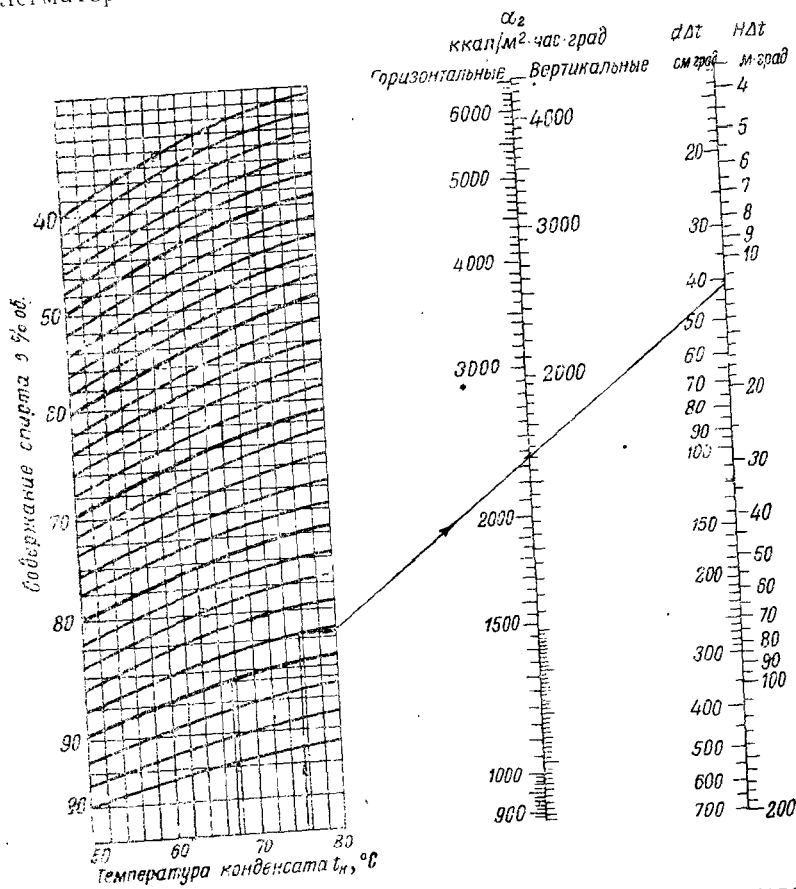


Рис. VII-4. Номограмма для определения коэффициента теплопередачи при конденсации спирто-водных паров.

$1000 \div 1100$ ккал/(м²·ч·град) [4200 ÷ 4600 кдж/(м²·ч·град)]. Было также найдено, что при использовании номограммы И. М. Ройтера (см. рис. VII-4) следует вводить поправку на скорость пара в межтрубном пространстве. Эта поправка вводится при помощи уравнения

$$\alpha_{II} = \alpha'_{II} (0,062\omega + 0,62) \text{ ккал/(м}^2\cdot\text{ч}\cdot\text{град)}, \quad (\text{VII}-10)$$

где α'_n — значение α , найденное по номограмме;
 w — средняя скорость спирто-водных паров в межтрубном пространстве дефлегматора.

На основании проведенного исследования авторами даны следующие рекомендации для конструирования дефлегматоров с горизонтальными трубами.

1. Направление движения охлаждающей среды должно быть снизу вверх, направление спирто-водных паров — обратное (в многобарабанных дефлегматорах).

2. Расстояние между перегородками в межтрубном пространстве дефлегматоров должно быть выбрано таким, чтобы скорость паров по всей длине барабана оставалась равной 15—20 м/сек для бражных подогревателей и 10—13 м/сек для дефлегматоров ректификационных и эшюрационных колонн.

3. Скорость охлаждающей среды должна быть не менее 0,5—0,6 м/сек, для дефлегматоров эшюрационной и ректификационной колонны и не менее 1,5 м/сек для бражных подогревателей. Однако следует сказать, что такие скорости могут быть реализованы только в аппаратах большой производительности.

4. Величина шага между трубками должна быть минимально допустимой из условий прочности.

5. Конденсат из каждого барабана дефлегматора должен отводиться отдельно.

6. Кожух дефлегматора должен быть снабжен лючками для очистки наружной поверхности трубок и для осмотра перегородок в паровом пространстве.

§ 3. «ДИКАЯ» ФЛЕГМА И ИЗОЛЯЦИЯ КОЛОНН

«Дикой» называют флегму, образующуюся в колонне за счет охлаждения корпуса колонны вследствие потери тепла в окружающее пространство.

В связи с этим находится вопрос о том, целесообразно ли с точки зрения процесса перегонки изолировать колонну и тем самым уменьшить потери тепла и образование дикой флегмы.

Вопрос этот может быть сформулирован и так: что целесообразнее — устанавливать один большой дефлегматор вверху колонны или ряд малых дефлегматоров по высоте колонны?

Этот вопрос рассматривался Хаусбрандом [9], Юнгом [10], Мариё [11] и другими исследователями.

Все они приходят к выводу, что наиболее целесообразно расположение одного дефлегматора вверху колонны, так как, устанавливая по высоте колонны малые дефлегматоры, мы тем самым уменьшаем количество флегмы, поступающей на верхние тарелки. Тем самым решается вопрос о целесообразности изоляции колонны. Колонны должны быть тщательно изолированы. Дефлегматоры могут остаться неизолированными, так как

за счет потерь тепла в окружающее пространство увеличивается их поверхность охлаждения.

В связи с вопросом об изоляции колонн рассмотрим вопрос о величине теплопотерь колоннами. Юнг [10] считает, что в неизолированной колонне большой производительности потери достигают 5% от полезно затрачиваемого тепла; при изолировании они снижаются до 1%. Он отмечает также, что в больших колоннах потери на 100 л спирта меньше, чем в малых. Так, в колонне, перерабатывающей 1000 л бражки в час, потери тепла для неизолированной колонны составляли 3000 ккал, а для изолированной — 600 ккал. Соответственно для колонны, перерабатывающей 10 000 л бражки в час, потери для неизолированной колонны составили 600 ккал, а для изолированной — 120 ккал.

А. А. Киров [2] указывает, что по результатам испытаний, проведенных на одном кубовом ректификационном аппарате, при недостаточно удовлетворительной изоляции потери составили 2,8% от полезного расхода тепла.

Бригадой КТИППа [2] было проведено обследование ряда аппаратов и выяснено, что потери в окружающее пространство составили от 398 до 511 ккал на 100 кг бражки для неизолированного аппарата. Исходя из изложенного принимают в расчетах потери тепла в неизолированной колонне равными 500 ккал на 100 кг бражки, а при хорошо изолированном аппарате — 200 ккал на 100 кг бражки, или соответственно 2100 и 840 кдж.

§ 4. РАСЧЕТ ДЕФЛЕГМАТОРОВ [12, 13]

Исходными данными для расчета дефлегматора служат крепость дистиллята и его количество за час, значение флегмового числа и начальная температура охлаждающей среды.

Задача заключается в определении поверхности нагрева и основных конструктивных размеров дефлегматора.

Тепловая нагрузка дефлегматора для случая, когда состав флегмы и дистиллята мало различаются (что имеет место при высокой крепости поступающих в дефлегматор паров), может быть найдена из следующего уравнения:

$$Q = vDi_D - vDc_{\phi}t_{\phi} = vD(i_D - c_{\phi}t_{\phi}) = vDr_{\phi}. \quad (\text{VII}-11)$$

Здесь i_D — полное теплосодержание паров, поступающих в дефлегматор;

c_{ϕ} — удельная теплоемкость флегмы;

r_{ϕ} — скрытая теплота испарения флегмы.

Для определения поверхности теплопередачи в дефлегматорах пользуются рациональными или эмпирическими формулами. Для определения коэффициента теплопередачи дефлегматоров в аппаратах, работающих на зерно-картофельном сырье, поль-

зуются эмпирической формулой (VII—6). Для расчетов коэффициента теплопередачи для бражных подогревателей, работающих на мелассной бражке, рекомендуется пользоваться общим методом решения, т. е. формулой (VII—7). При этом α_2 определяется по номограмме Ройтера, а α_1 по уравнению Тимофеева (VII—9). Учитывая отложения, образующиеся на поверхности, обращенной к спиртовому пару, рекомендуется найденное значение K умножить на коэффициент использования $\eta = 0,7^*$.

§ 5. МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕФЛЕГМАТОРОВ

Процессы, протекающие в дефлегматоре, мало изучены. Так как проведение опытов на заводских аппаратах затруднительно, то представляет большой интерес решение задачи о их моделировании.

Как в отношении испытания колонн на модели, так и в отношении испытания дефлегматоров можно сказать, что задача эта еще не вполне разрешена. И. М. Ройтер в 1948 г. впервые предпринял попытку проанализировать вопрос о моделировании дефлегматоров [14].

В дефлегматоре одновременно протекают четыре процесса: 1) движение пара и жидкости; 2) теплопередача; 3) изменение концентраций вещества; 4) частичное изменение агрегатного состояния вещества.

Проанализировав эти процессы с точки зрения подобия, можно сформулировать условия подобия.

Для случая, когда в модели и образце мы работаем с одним и тем же продуктом, помимо геометрического подобия, подобия граничных условий и полей физических констант, должно быть соблюдено равенство ряда критериев, а именно:

$$Re = \frac{\omega d}{\nu} ; Ga = \frac{g l^3}{\nu^2},$$

которые определяют гидродинамическое подобие, и

$$Ku = \frac{r}{c \Delta t},$$

который определяет подобие процесса теплопередачи при изменении агрегатного состояния веществ.

Кроме того, должно быть соблюдено равенство флегмовых чисел σ .

В приведенных выше формулах:

ω — скорость;

g — ускорение силы тяжести;

* Вопрос об оптимизации конденсатора бражной колонны рассмотрен в статье А. П. Николаева Известия вузов. «Пищевая технология», № 2, 1968.

l и d — линейные размеры;
 ν — кинематический коэффициент вязкости;
 r — скрытая теплота конденсации;
 c — удельная теплоемкость;
 t — температура.

При разрешении вопроса о том, осуществимы ли эти условия подобия, следует иметь в виду следующее.

Сравнительно легко осуществляется равенство условий

$$Ku = \frac{r}{c\Delta t} \text{ и } \nu = \text{const.}$$

Для осуществления первого условия необходимо, чтобы в образце и модели Δt были равны. Иначе говоря, температура пара и флегмы в модели и образце должна быть одинакова. Так же легко может быть выполнено и второе условие, т. е. $\nu = \text{const.}$

Трудности встречаются при соблюдении условий равенства критериев Re и Gr . Второе из этих условий неосуществимо при использовании в модели той же системы, что и в образце, а применение другой системы приводит к усложнению опыта.

В результате рассмотрения вопроса сделано заключение о необходимости использовать метод приближенного моделирования.

Этот путь приводит к созданию модели с отказом от полного геометрического подобия и равенства критериев Re и Gr , но при непремennom соблюдении приближенного равенства этих критериев в модели и образце, а также подобия полей температур к концентрации.

Практически была осуществлена модель вертикального трубчатого дефлегматора, сконструированная в виде пучка труб из такого же материала, с таким же диаметром и так же взаимно расположенных, как и в производственном образце. «Так как, — пишет Ройтер, — количество протекающих в дефлегматоре продуктов при одинаковом тепловом режиме пропорционально поверхности теплопередачи, то нетрудно заметить, что при одинаковом геометрическом сечении пучка труб скорость продуктов будет прямо пропорциональна длине трубок».

Следовательно, длительность протекания процессов в модели и в образце будет одинаковой, а вследствие этого установится подобие полей температур и концентраций по всей высоте модели.

Испытание модели при сравнении ее работы с работой производственных аппаратов показало, что в общем цель, поставленная исследованием, была достигнута: модель давала примерно те же результаты, что и образец, как в отношении теплопередачи, так и укрепления паров спиртом.

При конструировании экспериментального дефлегматора с горизонтальными трубами [7] были приняты следующие принципы моделирования:

1) модель конструируется в виде пучка горизонтальных труб, расположенных в один или несколько вертикальных рядов, из такого же материала и такого же диаметра, как и в производственном дефлегматоре;

2) число труб в одном вертикальном ряду модели принимается равным числу труб в одном вертикальном ряду образца;

3) для соблюдения равенства чисел Re охлаждающей среды в модели и в образце число перегородок в крышках модели выбирается таким, чтобы скорость охлаждающей среды была равна скорости ее в образце;

4) число перегородок в межтрубном пространстве модели следует ставить такое, чтобы обеспечить скорость пара, равную скорости пара в образце.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
2. Киров А. А. Аппараты для ректификации спирта. Пищепромиздат, 1940.
3. Ройтер И. М. Труды КТИППа им. А. И. Микояна. Вып. 6, 1947.
4. Киров А. А. Техническая аппаратура спиртового производства. Пищепромиздат, 1937.
5. Цыганков П. С., Малежик И. Ф. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 3.
6. Маринченко В. А., Стабников В. Н. Тези доповідей XXXI науковій конференції КТІХП. Видавництво Київського університету, 1966.
7. Маринченко В. А. Исследование процессов дефлегмации и работы дефлегматоров с горизонтальными трубками в спиртовой промышленности. Автореферат диссертации, КТИПП, 1966.
8. Ройтер И. М., Руденко-Грицюк Г. Е. Труды КТИППа им. А. И. Микояна. Вып. 21, 1959.
9. Хаусбрандт Э. Действие ректификационных аппаратов. Снабтехиздат, 1931.
- ✓ 10. Юнг С., Праль В. Теория перегонки. Пищепромиздат, 1937.
11. Марийе Ш. Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Снабтехиздат, 1934.
12. Ройтер И. М. Труды КТИППа им. А. И. Микояна. Вып. 12, 1952.
13. Цыганков П. С., Муравская О. Г. Примеры расчетов дефлегматоров, конденсаторов, холодильников, подогревателей и кипятильников брагоректификационных и ректификационных аппаратов непрерывного действия. Изд. КТИППа им. А. И. Микояна, 1957.
14. Ройтер И. М. Труды КТИППа им. А. И. Микояна, Вып. 7, 1948.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА

§ 1. ПРИМЕСИ СПИРТА

Спирт-сырец, получаемый после перегонки бражки, содержит большое количество примесей, различных по химической природе. Обычно содержание примесей не превышает 0,5% мас. от этилового спирта, содержащегося в сырце. В сырце обнаружено до 50 различных веществ, которые по химическому характеру могут быть разделены на четыре основные группы: спирты, альдегиды, эфиры и кислоты.

В таблице VIII—1 приведены некоторые из примесей, классифицированные по химической природе, указаны их температуры кипения и молекулярная масса.

Есть указания на то, что кроме этих примесей, в сырце обнаружены сероводород, меркаптаны, пиридин, триметилпиазин, тетраметилпиазин, диэтилпиазин и некоторые другие вещества.

Характер примесей, содержащихся в спирте-сырце, и их количество зависят: 1) от вида сырья и его качества; 2) от способа работы, принятого на заводе, и 3) от оборудования, на котором производится работа.

Примеси возникают в основном в процессе брожения. Однако на их образование в процессе брожения могут оказать существенное влияние предшествующие брожению технологические операции, в частности, режим водно-тепловой обработки сырья.

Примеси возникают также и при перегонке. Примеси, возникающие при брожении, очень разнообразны. Количество и состав их могут сильно изменяться в зависимости от условий, при которых проводится брожение: степени аэрации, расы дрожжей, рН среды, концентрации сахара, температуры и других факторов.

Вопрос о влиянии различных факторов на образование примесей изучен еще недостаточно, поэтому не всегда можно сказать, как то или иное изменение в технологическом процессе

Таблица VIII-1

Примеси, содержащиеся в сыром спирте

Примесн	Химическая формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С
---------	--------------------	--------------------	-------------------------

Альдегиды

Уксусный	C_2H_4O	44,05	20,8
Пропионовый	C_3H_6O	58,08	49,1
Акролен	C_3H_4O	56,06	52,4
Изомасляный	C_4H_8O	72,10	64
Валериановый	$C_5H_{10}O$	86,13	103,7
Фурфурол	$C_5H_4O_2$	96,08	164,7

Эфиры

Муравьиноэтиловый	$C_3H_6O_2$	74,08	54,4
Уксусноэтиловый	$C_4H_8O_2$	74,08	56,0
Уксусноэтиловый	$C_4H_8O_2$	88,10	77,1
Изомасляноэтиловый	$C_6H_{12}O_2$	116,16	110,1
Масляноэтиловый	$C_6H_{12}O_2$	116,16	121,0
Ацеталь	$C_6H_{14}O_2$	118,17	102,4
Уксусноизоамиловый	$C_7H_{14}O_2$	130,18	142,0
Изовалерианоэтиловый	$C_7H_{14}O_2$	130,18	134,8
Капрокэтиловый	$C_8H_{16}O_2$	142,21	167,8
Изовалерианоизоамиловый	$C_{10}H_{20}O_2$	172,26	194,0
Каприноэтиловый	$C_{10}H_{20}O_2$	172,26	208
Пеларгоноэтиловый	$C_{11}H_{22}O_2$	184,27	228
Лауриноэтиловый	$C_{14}H_{28}O_2$	222,32	269
Миристиноэтиловый	$C_{16}H_{32}O_2$	256,42	—

Спирты

Метиловый	CH_4O	32,04	64,7
Изопропиловый	C_3H_8O	60,09	82,4
Пропиловый	C_3H_8O	60,09	97,2
Изобутиловый	$C_4H_{10}O$	74,12	108,0
Бутиловый	$C_4H_{10}O$	74,12	117,9
Вторичный бутилкарбинол (оптически деятельный амиловый)	$C_5H_{12}O$	88,15	129,4
Амиловый	$C_5H_{12}O$	88,15	137,8
Изоамиловый	$C_5H_{12}O$	88,15	132,1
Гексилловый	$C_6H_{14}O$	102,17	155,7
Гептиловый	$C_7H_{16}O$	116,20	176,3
Октиловый	$C_8H_{18}O$	130,20	194,5
Нонилловый	$C_9H_{20}O$	144,20	213,5

Кислоты

Муравьиная	CH_2O_2	46,03	100,5
Уксусная	$C_2H_4O_2$	60,05	118,5
Масляная	$C_4H_8O_2$	88,10	163,0
Капроновая	$C_6H_{12}O_2$	116,16	205,8
Каприловая	$C_8H_{16}O_2$	144,21	237,5

Примеси	Химическая формула	Молекулярная масса	Температура кипения, °С
Каприновая	$C_{10}H_{20}O_2$	172,26	268,4
Лауриновая	$C_{12}H_{24}O_2$	200,32	225,0
Миристиновая	$C_{14}H_{28}O_2$	238,38	250,5
Пальмитиновая	$C_{16}H_{32}O_2$	256,43	271,5

При давлении
160 мм
рт. ст.

Соединения других типов

Вода	H_2O	18,02	100,0
Терпены	$C_{10}H_{16}$	136,23	150—180
Терпеногидраты	$C_{10}H_{18}O$	154,24	206—210

отражается на составе примесей сырья. Рассмотрим условия и место возникновения важнейших примесей [1, 2].

Сивушное масло возникает как побочный продукт спиртового брожения. Основными составными частями его являются высшие спирты: амилловый, изобутиловый и другие.

В табл. VIII—2 приведены данные о составе сивушного масла [3].

Из рассмотрения данных табл. VIII—2 следует, что состав сивушного масла, получаемого даже из сырья одного и того же вида, сильно отличается по процентному содержанию различных компонентов. Так, например, содержание изоамилола в масле, полученном при переработке картофеля, колеблется в пределах от 34,4 до 68,7%.

Однако качественный состав масла (т. е. номенклатура компонентов) остается почти неизменным для всех образцов.

Из амиловых спиртов в сивушном масле содержится главным образом изоамиловый.

По Эрлиху, образование амилового и других высших спиртов при брожении объясняется дезаминированием аминокислот. При этом углеродная часть молекулы аминокислоты образует спирт, отвечающий по своему строению исходной аминокислоте [2], но содержащий на один атом углерода меньше.

По Женевуа, высшие спирты могут образовываться при брожении иным путем. Женевуа предложил схему образования амилового спирта из ацетальдегида без участия аминокислот [2, 4].

И. Я. Веселов с сотрудниками также исследовал образование высших спиртов в процессе спиртового брожения [5, 6]. Им показано, что высшие спирты образуются в анаэробных условиях вторично из кетокислот, возникающих в результате переаминирования аминокислот, путем декарбоксилирования и

Анализ проб свишного масла (в % мас.) по данным различных авторов
(составлен В. Ф. Суходол)

Компоненты	Исходное сырье							
	картофель	ячмень	кукуруза	рожь	меласса	свекла		
Изоамилол	68,76	47,5	61,8	79,85	16,6	63,1		
Н. амилол	34,40	47,7	64,3	82,6	59,8	67,7		
Изобутанол	24,35	5,6	17,5	15,76	0,8	8,1		
Н. бутанол	4,40	5,9	8,4	8,4	14,4	6,1		
Изопропанол	18,70	35,7	4,2	3,69	2,9	7,0		
Н. пропанол	6,85	35,4	4,0	0,4	14,2	4,0		
Гексанол и другие высшие спирты	Следы	0,9	1,4	0,13	1,5	15,1		
Свободные жирные кислоты	0,01	0,2	Следы	Следы	0,6	Следы		
Эфиры	0,02	0,3	0,4	0,16	0,3	0,11		
Альдегиды, в том числе фурфурол	0,01	Следы	Следы	0,31	2,7	3,0		
Терпены	Следы	Следы	Следы	0,02	3,3	0,11		
Ацетали	0,36	Следы	Следы	0,03	—	Следы		
Неидентифицированные соединения	7,67	3,9	6,3	4,1	0,8	2,9		
	30,9	4,5	6,3	4,1	2,9	5,0		

последующего восстановления в цикле спиртового сбраживания углеводов. По мнению Веселова, образование высших спиртов связано с накоплением биомассы дрожжей.

На выход сивушного масла оказывают влияние состав бродящей массы, количество азота в ней и его форма.

Летучие кислоты, содержащиеся в сырце, являются продуктом жизнедеятельности инфицирующих бражку микроорганизмов, а также продуктом жизнедеятельности дрожжей [7].

Чистота брожения ведет к уменьшению выхода кислот, а следовательно и к уменьшению содержания эфиров, так как они являются продуктом химического взаимодействия спиртов и кислот, содержащихся в бродящей массе. Эфиобразование происходит в бродильном чане, продолжается в брагоперегонном аппарате и частично — в ректификационном.

Некоторые виды примесей образуются в процессе водно-тепловой обработки сырья, и количество их зависит от степени жесткости этой обработки, т. е. от температуры и длительности обработки. К ним относятся метиловый спирт, продукты терпенового ряда, встречающиеся в сырце, полученном из некоторых видов сырья, и, вероятно, акролен.

Акролен возникает, по-видимому, в процессе водно-тепловой обработки сырья при подгорании жиров, содержащихся в сырье. Указывают также, что он может возникать вследствие побочных брожений.

Метиловый спирт образуется при переработке растительных материалов вследствие разложения пектиновых веществ. При разваривании содержащих пектин материалов происходит отщепление метоксильных групп пектина с последующим образованием метилового спирта.

Климовский с сотрудниками показал [8], что наибольшее количество метилового спирта образуется при переработке картофеля; меньше — при переработке зернового сырья. Значительное количество метилового спирта образуется при переработке на спирт сахарной свеклы, содержащей много пектина. Увеличение давления при разваривании (а следовательно, и температуры) повышает содержание метилового спирта.

Вопрос об образовании метилового спирта при переработке сахарной свеклы был исследован В. А. Вержбицкой и А. М. Малченко [9]. Они показали, что при переработке сахарной свеклы на спирт метанол образуется в процессе разваривания при высокой температуре. Повышенная температура разваривания при длительном воздействии на пектин свеклы приводит к интенсивному гидролитическому распаду пектиновых веществ свеклы с образованием метилового спирта. Чем выше температура прогрева свекловичного затора, тем больше в нем обнаруживается метанола.

Вальтер [10] указывает, что метиловый спирт может возникнуть также в процессе распада пектиновых веществ под воздействием пектазы в процессе спиртового брожения.

Предполагают, что продолжительное прогревание сырья в предразварниках и высокое давление при разваривании способствуют большому образованию сивушного масла при брожении (см. табл. VIII—3) вследствие того, что такой режим водно-тепловой обработки благоприятен для накопления аминокислот.

На выход сивушного масла оказывает влияние и количество задаваемых дрожжей. Усиленное размножение дрожжей ведет к увеличению выхода сивушного масла. Накоплению его способствует также высокая температура брожения.

На выход сивушного масла оказывает влияние и чистота брожения. Часть сивушного масла может быть образована за счет жизнедеятельности микроорганизмов, инфицирующих бродящую массу. Поэтому все факторы, способствующие повышению чистоты брожения, поведут к уменьшению выхода сивушного масла. В частности, положительное влияние оказывает герметизация бродильных чанов.

Уксусный альдегид, содержащийся в сырце, возникает также в бродильном чане и является промежуточным продуктом алкогольного брожения.

Возможно образование его и других альдегидов в качестве продуктов окисления спиртов кислородом воздуха и некоторых вторичных реакций.

Замечено, что при проведении брожения с аэрацией содержание альдегидов в сыром спирте повышается.

Большому образованию альдегидов способствует по той же причине повышение температуры брожения.

Фурфурол образуется во время перегонки из пентозанов бражки при нагревании их в присутствии кислот, а также в процессе разваривания содержащего пентозаны сырья.

Указывают также, что источником образования альдегидов является реакция меланоидинообразования, идущая в процессе тепловой обработки зерна.

В. П. Грязнов с сотрудниками [11] исследовали состав альдегидов спирта, полученного из зерна максимальной степени дефектности. Анализ проводился при помощи спектрофотометра. Установлено наличие в сырце формальдегида, ацетальдегида, пропионового и масляного альдегидов и акролеина.

Сырье и его качество, как это видно из изложенного, оказывает также существенное влияние на характер и количество примесей.

В табл. VIII—3 приведены некоторые данные о среднем составе спирта-сырца из различного сырья при разных режимах работы.

Состав спирта-сырца
(по данным ВНИИСПа)

Вид сырья и год анализа	Число проб	Эфиры, мг/л	Альдегиды, %	Сивушное масло, %	Кислотность, мг/л	Примечания]
Картофель, 1931	18	416,6	0,0047	0,28	78,8	Периодический процесс разваривания и осахаривания
Зерно, 1931	36	242,5	0,04	0,41	86,4	
Зерно + картофель, 1931	51	324,6	0,004	0,354	29,01	
Зерно + картофель 1953—1954	30	306,1	0,011	0,21	32,1	Полунепрерывный метод работы (мягкий трехсуточный режим разваривания)
Меласса, 1931	34	376,7	0,116	0,317	113,9	

Как видно из данных этой таблицы, состав спирта-сырца изменяется в широких пределах в зависимости от вида сырья и режима работы. Можно отметить наибольшее содержание сивушного масла в зерновом сырце. Наибольшее количество альдегидов содержится в мелассном сырце. В отношении эфиров никакой явной закономерности не наблюдается.

В. П. Грязнов [12] изучал методом газохроматографического анализа сырые спирты, чтобы выяснить состав сивушного масла в зависимости от вида и степени дефектности сырья.

В табл. VIII—4 приведены результаты анализов спиртов, полученных из сырья высокой степени дефектности (IV и выше)

Таблица VIII-4
Соотношение компонентов сивушного масла в % об.

Спирт	Сырье			
	кукуруза	свекла	рожь	пшеница
Пропиловый	19,1	21,0	38,0	43,5
Изобутиловый	17,5	27,4	50,7	20,4
Изоамиловый	63,4	51,6	10,0	36,2
<i>n</i> -бутиловый	Следы	Следы	1,3	Следы

Сопоставляя полученные данные с составом сивушного масла в сыром спирте из нормального сырья, В. П. Грязнов пришел

к заключению, что при переработке острodefектного сырья соотношение компонентов изменяется в сторону увеличения содержания пропиловых и бутиловых спиртов. Эти спирты, попадая при ректификации в спирт-ректификат, придают ему горький и жгучий вкус.

Некоторые примеси характерны только для определенных видов сырья. Так, фурфурол не встречается в мелассном сырце, но содержится в сырце, полученном из зерна и картофеля.

Специфические вкусовые качества сырца, получаемого из различных материалов, зависят также от присутствия малых количеств примесей, не улавливаемых аналитическими методами. Так, хлебный спирт содержит соединения, придающие ему жгучий вкус, не свойственный сырцу из мелассы и картофеля. Полагают, что этот вкус придают спирту терпены. Сырой мелассный спирт имеет неприятный вкус и запах, обуславливаемые специфическими для него примесями, которые аналитически не определимы. Некоторые объясняют это наличием азотистых соединений.

На качество сырца оказывает влияние и состояние перерабатываемого материала. При переработке гнилого картофеля или горелого зерна продукты распада, по-видимому, сохраняются на всех стадиях технологического процесса и ухудшают качество спирта-сырца.

Как указано выше, В. П. Грязнов хроматографическим и спектрофотометрическим анализом показал [13], что при переработке дефектного крахмалистого сырья в бражке обнаруживается присутствие формальдегида, ацетальдегида, пропионового, масляного и кротонового альдегидов, а также акролеина. Теми же методами в бражке, полученной при переработке нормального сырья, был обнаружен только ацетальдегид.

В. П. Грязнов и Г. В. Ржечицкая [13] провели анализы спирта-сырца, полученного из острodefектного крахмалистого сырья (табл. VIII—5).

Анализируя данные табл. VIII—5, можно сделать вывод о повышенном почти во всех пробах содержании сивушного масла, повышенной кислотности в ряде проб и повышенном содержании эфиров в первой и второй пробах. По-видимому, как предполагают авторы, при порче зерна в связи с повышенной температурой и влажностью белки сырья частично гидролизуются, вследствие чего при разваривании и последующем брожении образуется большое количество кислот, эфиров и сивушного масла. Что касается альдегидов, то из данных табл. VIII—5 нельзя сделать заключения об увеличении их содержания в сырце при переработке дефектного сырья; возможно что при переработке нормального сырья состав этой группы соединений будет иной.

Таблица VIII-5

Анализы спирта-сырца, полученного из остродефектного сырья

Показатели	Номер проб				
	1	2	3	4	5
Крепость, % об.	88,9	89,1	89,4	88,9	85,4
Кислоты, мг/л	81,0	114,4	120,3	121,0	42,2
Эфиры, мг/л	554,0	395,0	334,6	311,0	247,3
Альдегиды, % об.	0,003	0,006	0,002	0,0015	0,001
Метанол, % об.	0,07	0,15	0,05	0,08	0,06
Сивушное масло, % об.	0,4	0,7	1,5	0,5	1,0

Изучая состав спирта-сырца, полученного из дефектного сырья, авторы [13] обнаружили в нем, кроме уксусного альдегида, акролеина и масляный альдегид. Они исследовали коэффициенты ректификации этих примесей и нашли их значения (табл. VIII—6).

Таблица VIII-6

Коэффициенты ректификации K' акролеина и масляного альдегида

Акролеин		Масляный альдегид	
крепость спирта, % об.	K'	крепость спирта, % об.	K'
96	2,00	96,4	1,78
86,3	1,90	85,6	2,51
61,4	1,34	59,1	13,42
10,9	9,7	40,2	10,30
		30,2	15,0
		20,6	23,8
		13,5	18,10

Из данных табл. VIII—6 следует, что масляный альдегид является при всех исследованных концентрациях спирта головным продуктом. Что касается акролеина, то при малых концентрациях спирта (ниже 11% об.) он является хвостовой примесью.

Присутствие 0,0005% об. акролеина в ректификате делает спирт нестандартным по пробе с серной кислотой.

Иногда дурно пахнущие примеси образуются в сырце при перегонке в результате взаимодействия бражки с материалом аппаратов. Так, при перегонке бражки в чугуновых аппаратах, материал которых содержит серу, сырец приобретает неприятный запах сероводорода. Этот же запах может быть приобретен сырцом и в медных аппаратах, если на тарелках их имеется

зона, где, застаивается и разлагается бражка. Предполагается, что фурфурол образуется также в брагоперегонных аппаратах вследствие пригорания бражки (дегидратация пентозанов).

В табл. VIII—7 приведена классификация примесей спирта-сырца по их происхождению [1, 4, 10, 14, 15, 16, 17].

Цель процесса ректификации — освободить этиловый спирт от примесей. При этом также ставится задача получить этиловый спирт стандартной крепости. Одновременно отбираемые примеси должны быть сконцентрированы до максимальной крепости. В этом случае содержание спирта в отходах ректификации будет минимальным.

Таблица VIII-7

Основные примеси спирта-сырца

Происхождение примесей	Наименование
В результате жизнедеятельности дрожжей	Высшие спирты, уксусный и другие альдегиды, кислоты
В результате побочных брожений	Кислоты, высшие спирты, ацеталь, акролеин
Вследствие взаимодействия составных частей сырца	Сложные эфиры кислот и спиртов
Вследствие окисления спиртов кислородом воздуха	Альдегиды
При перегонке за счет пригорания твердых частиц зерно-картофельной бражки	Фурфурол
В процессе разваривания сырца	Терпены, метиловый спирт, фурфурол, альдегиды, акролеин

Для понимания процессов, происходящих в ректификационных аппаратах, следует иметь в виду, что летучесть примесей зависит от концентрации этилового спирта в водном растворе, из которого выделяются примеси.

§ 2. ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ НА КАЧЕСТВО ПРОДУКТА

Для практики ректификации представляет большой интерес вопрос о влиянии на дегустационные качества продукта тех или иных примесей. В отношении тех примесей, которые входят в состав сивушного масла, очень интересная работа проведена Л. Н. Маравиным и С. В. Тихвинской [18].

Эти авторы исследовали ряд примесей, добавляя их в водку, приготовляемую из спирта высшей очистки. В полученных растворах находилось минимальное количество примеси, которое еще можно было определить органолептически («порог ощущение»).

Некоторые свойства примесей спирта

Примесь	Порог ощущения (п. о.) и сообщаемый вкус	Влияние на пробу на окисляемость (проба Ланга)	Обнаруживается ли приятными методами анализа
Пропиловый спирт	Вкус и запах, напоминающий серный эфир, без жгучести во вкусе. П. о. для водного раствора по вкусу 0,2, по запаху 0,4; в водке 0,3% по вкусу и запаху	При добавлении в этиловый спирт в количестве 0,002% мас. не оказывает влияния	Нет
Бутиловый спирт	Жгучее вкусовое ощущение. П. о. в водном растворе 0,002%; в водке 0,004%	Оказывает сильное влияние, снижая время осветления	Да
Изоамиловый спирт	Вкус жгучий, напоминающий вкус масла корицы, удушливый запах. П. о. в водке 0,005%	Снижает	Да
Гексиловый спирт	Сильный своеобразный запах, раздражает слизистые оболочки. П. о. в водке 0,002%	Не отражается	Нет
Гептиловый спирт	Жгучий вкус. П. о. в водке 0,0001	Снижает	Нет
Октиловый спирт	Острый запах прогорклого коровьего масла. Жгучий вкус. П. о. в воде 0,00005%, в водке тот же	Снижает	Нет
Нониловый спирт	Неприятный своеобразный запах. Вкус касторового масла. П. о. в воде и водке 0,00002%. Вкус и запах очень стойки	Снижает	Нет
Капроновая кислота	Запах прогорклого масла. П. о. в водке 0,0003%	Снижает	Нет
Каприловая кислота	Запах порченного топленого масла. П. о. в водке по запаху 0,001%, в воде 0,0005%	Снижает	Нет
Лауриновая кислота	Сильный запах прогорклого масла. П. о. при растворении в спирте 0,002%	Не влияет	Нет
Миристиновая кислота	Запах порченного сала. Ощущается при содержании 0,01% в спирте по неприятному привкусу	Снижает	Нет
Пальмитиновая кислота	Запах порченного сала. Ощущается в спирте при содержании до 0,0001%	Почти не снижает	Нет
Уксусноэтиловый эфир	Фруктовый запах. П. о. в воде 0,0002%, в водке 0,005% (по спирту)	Снижает	Нет
Масляноэтиловый эфир	Фруктовый запах. П. о. в воде и водке 0,00005%	Не влияет	При небольших концентрациях не обнаруживается

Примесь	Порог ощущения (п. о.) и сообщаемый вкус	Влияние на пробу на окисляемость (проба Ланга)	Обнаруживается ли принятыми методами анализа
Капроноэтиловый эфир	Стойкий фруктовый запах. П. о. в воде 0,00005%, в водке 0,00002%	Незначительно снижает	С салициловым альдегидом реагирует слабо
Каприноэтиловый эфир	Приятный коньячный запах. П. о. в воде и водке 0,0001%	Не влияет	Не определялся
Пеларгоноэтиловый эфир	Неопределенный, но очень приятный	—	То же
Лауриноэтиловый эфир	Цветочный аромат	—	—
Миристиноэтиловый эфир	Запах фиалки	Не влияет	Нет
Терпены	В зависимости от химического строения имеют различный запах: скипидарный, цветочный, фруктовый. П. о. в водке 0,0008%	Не влияет	Нет
Терпенгидраты	Запах слабый. Основной продукт из группы терпенов — пинен обладает скипидарным запахом. П. о. в водке 0,0008%	Не влияет	Нет
Пиридин	Резкий запах. П. о. в воде 0,0025%, в водке 0,005%	Влияет слабо	Нет

ния», п. о.). Одновременно авторы определяли вкус, сообщаемый водке наличием примеси. В табл. VIII—8 приводятся некоторые данные из упомянутой работы.

Анализируя их, можно сделать следующие выводы.

1. Значительная часть примесей не обнаруживается принятыми в спиртовой промышленности методами анализа.

2. Порог ощущения многих примесей очень низок, и требуется очень тонкая очистка спирта, чтобы устранить из него все примеси, а вместе с ними все посторонние запахи и вкус.

3. Присутствие сложных эфиров жирных кислот в спирте в пределах, установленных ГОСТом, вследствие их приятного вкуса и запаха не должно ощущаться при дегустации и ухудшать вкус и аромат изделия.

Авторы статьи отмечают также значительную ядовитость таких примесей, как пропиловый спирт (в 3—4 раза более ядовит, чем этиловый), бутиловый (в 8 раз более ядовит, чем этиловый). Они указывают также, что, по их предположению, азотистые вещества, содержащиеся в сивушном масле, не могут существенно ухудшать качество спирта. Это противоречит мнению других специалистов [17], которые считают причиной плохих дегустационных показателей мелассных спиртов наличие в них азотистых веществ.

Работа Маравина и Тихвинской [18] ставит под вопрос многие сложившиеся представления и требует дальнейших, уточняющих исследований.

§ 3. ТЕОРИЯ РЕКТИФИКАЦИИ СОРЕЛЯ И БАРЕЗ

Если содержание примеси невелико, то можно допустить, что летучесть отдельной примеси не зависит от наличия в растворе других примесей. Сделав такое допущение, можно рассматривать движение в колонне каждой примеси отдельно и представить ее распределение по высоте колонны.

Обозначим содержание спирта в парах через $A\%$ мас., а в жидкости — через a . Отношение $\frac{A}{a} = K_{сп}$ будем называть коэффициентом испарения.

Таким образом, например, при содержании этилового спирта в жидкости 10% мас. в парах содержание его будет равно (см. табл. I—10) $52,2\%$ мас. Тогда $K_{сп} = 52,2 : 10 = 5,22$.

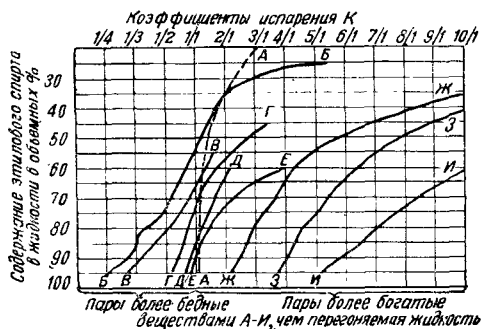


Рис. VIII-1. Коэффициенты испарения этилового спирта и некоторых примесей сырого спирта:

A — для этилового спирта, B — для изоамилового спирта, В — для изовалерианоизоамилового эфира, Г — для уксусноизоамилового эфира, Д — для изовалерианоэтилового эфира, Е — для изобутилоэтилового эфира, Ж — для уксусноэтилового эфира, З — для уксуснометилового эфира, И — для муравьиноэтилового эфира.

Для примесей соответственно примем обозначения α и β .

$$\text{Тогда } K_{сп} = \frac{\alpha}{\beta}.$$

Исследования, проведенные Сорелем с трехкомпонентными системами вода—этиловый спирт—примесь (при содержании примеси до 2% об.), дали результаты, приведенные в табл. VIII—9 и на рис. VIII—1.

Таблица VIII-9

Коэффициент испарения K для этилового спирта и его примесей

Содержание этилового спирта, % об.	Спирты		Эфиры							
	этиловый ¹	изоамиловый	изовалериано-амиловый	укусно-изоамиловый	изовалериано-этиловый	изомасляноэтиловый	укусно-этиловый	укуснометиловый	муравьиноэтиловый	укусный альдегид
10	5,10	—	—	—	—	—	29,0	—	—	—
15	4,10	—	—	—	—	—	21,5	—	—	—
20	3,31	—	—	—	—	—	18,0	—	—	—
25	2,68	5,55	—	—	—	—	15,2	—	—	—
30	2,31	3,00	—	—	—	—	12,6	—	—	—
35	2,021	2,45	—	—	—	—	10,5	12,5	—	—
40	1,80	1,92	—	—	—	—	8,6	10,5	—	—
45	1,63	1,50	—	3,5	—	—	7,1	9,0	—	4,5
50	1,50	1,20	—	2,8	—	—	5,8	7,9	—	4,3
55	1,39	0,98	—	2,2	—	—	4,9	7,0	12,0	4,15
60	1,30	0,80	1,30	1,7	2,3	4,2	4,3	6,4	10,4	4,0
65	1,23	0,65	1,05	1,4	1,9	2,9	3,9	5,9	9,4	3,9
70	1,17	0,54	0,82	1,1	1,7	2,3	3,6	5,4	8,5	3,8
75	1,12	0,44	0,65	0,9	1,5	1,8	3,2	5,0	7,8	3,7
80	1,08	0,34	0,50	0,8	1,3	1,4	2,9	4,6	7,2	3,6
85	1,05	0,32	0,40	0,7	1,1	1,2	2,7	4,3	6,5	3,5
90	1,02	0,30	0,35	0,6	0,9	1,1	2,4	4,1	5,8	3,4
95	1,004	0,23	0,30	0,55	0,8	0,95	2,1	3,8	5,1	3,3

¹ По Сорелю.

Рассматривая табл. VIII—9, можно отметить одно очень важное обстоятельство: при увеличении концентрации этилового спирта коэффициенты испарения примесей уменьшаются. Кроме того, можно указать, что при концентрации этилового спирта ниже 55% об. коэффициенты испарения всех примесей становятся больше единицы.

Коэффициенты испарения некоторых примесей остаются больше единицы при всех концентрациях этилового спирта. К таким примесям относятся укусноэтиловый и укуснометиловый эфиры и укусный альдегид. Все это — примеси, улетучивающиеся в относительно большем количестве, чем этиловый спирт, при всех концентрациях спирта в растворе.

Совершенно иное мы имеем для других примесей, например, для изоамилового спирта. Коэффициент испарения его меньше единицы при большом содержании этилового спирта. Он переходит через значение $K=1$ при концентрации этилового спирта 55% об., а при меньших концентрациях его становится больше единицы.

Отсюда следует, что изоамиловый спирт будет задерживаться в тех зонах колонн, где крепость спирта превышает 55% об. Это свойство примесей используется для установления мест отбора их из колонн брагоперегонных и ректификационных

аппаратов. Тем же свойством обладают и другие высшие спирты и многие эфиры, например, изомасляноэтиловый. При высоких концентрациях этилового спирта он имеет коэффициент испарения, близкий к единице.

Еще более наглядно поведение примесей может быть продемонстрировано при помощи коэффициента ректификации K' , введенного Барбэ.

Коэффициентом ректификации K' называется отношение коэффициента испарения примеси к коэффициенту испарения этилового спирта.

Пусть содержание примеси в парах $\alpha\%$, а в жидкой фазе — $\beta\%$. Если при этом содержание этилового спирта в парах $A\%$, а в жидкой фазе $a\%$, то

$$K_{\text{пр}} = \frac{\alpha}{\beta}; K_{\text{сп}} = \frac{A}{a}; K' = \frac{K_{\text{пр}}}{K_{\text{сп}}} = \frac{\alpha}{\beta} : \frac{A}{a} = \frac{\alpha a}{\beta A}.$$

Коэффициент ректификации показывает, увеличивается ли содержание примеси по отношению к этиловому спирту или уменьшается.

Если $K' > 1$, то происходит накопление примеси в парах, так как она более летуча в данных условиях, чем этиловый спирт.

Если $K' = 1$, то ни накопления примеси, ни очистки от нее не происходит.

Если $K' < 1$, то происходит накопление примеси в жидкости, а пары содержат меньше примеси, чем жидкость, так как примесь в этих условиях менее летуча, чем спирт.

Примеси, которые имеют коэффициенты $K' > 1$ во всем интервале концентраций этанола, будем называть головными примесями [19]; примеси, для которых $K' < 1$, будем называть хвостовыми; примеси, у которых K' при некоторых значениях концентраций этанола имеет значение, равное 1, будем относить к промежуточным.

Как мы увидим далее, величина коэффициента K' зависит не только от концентрации этанола, но также и от концентрации примеси. Поэтому в зависимости от концентрации примеси некоторые примеси могут изменять характер и быть или промежуточными или хвостовыми. Отсюда вытекает условность понятий головная, промежуточная или хвостовая примесь.

Пример 8. Водный раствор спирта крепостью 75% об. содержит 1 г уксусноэтилового эфира и 1 г изоамилового спирта на 100 мл этилового спирта. Определить содержание обеих примесей в парах.

Находим коэффициент испарения примесей по табл. VIII—7 для амилового спирта $K_a = 0,44$, для уксусноэтилового эфира $K_э = 3,2$.

Для этилового спирта $K_{\text{сп}} = 1,12$.

Отсюда $K_a' = 0,44 : 1,12 = 0,39$; $K_э' = 3,2 : 1,12 = 2,86$.

Выделяемые раствором пары будут содержать примерно 84% об. (75 · 1,12) этилового спирта. В конденсате этих паров содержание этилового спирта составит 0,39 г (0,39 · 1) на 100 мл этилового спирта и 2,86 г (2,86 · 1) уксусноэтилового эфира.

Значение коэффициентов ректификации

Содержание этилового спирта, % об.	Изоамиловый спирт	Изопропилоамиловый эфир	Уксусно-изоамиловый эфир	Изопропилоэтиловый эфир	Изомасляноэтиловый эфир	Уксусно-этиловый эфир	Уксусно-метиловый эфир	Муравьиноэтиловый эфир	Уксусный альдегид
1	3,26	—	—	—	—	—	—	—	—
10	—	—	—	—	—	5,67	—	—	—
20	2,02	—	—	—	—	5,43	—	—	—
30	1,30	—	—	—	—	5,43	—	—	—
40	1,05	—	—	—	—	4,77	5,83	—	—
50	0,80	—	1,866	—	—	3,86	5,26	—	2,86
60	0,615	1,0	1,307	1,76	3,23	3,3	4,92	8,0	3,08
70	0,44	0,7	0,94	1,45	1,96	3,07	4,61	7,26	3,25
80	0,36	0,463	0,74	1,20	1,30	2,77	4,25	6,6	3,34
90	0,26	0,343	0,688	0,882	1,07	2,37	4,01	5,68	3,34
95	0,22	0,299	0,548	0,797	0,897	2,09	3,78	5,08	3,29

Следовательно, произошло уменьшение содержания хвостовых примесей и увеличение содержания головных примесей.

Числовые значения коэффициентов ректификации приведены в табл. VIII—8. В основу расчетов положена кривая равновесия Сореля для системы этиловый спирт—вода. Если находить коэффициенты испарения этилового спирта при помощи табл. I—10, то значения K' будут несколько иными.

На рис. VIII—2 изображены графически коэффициенты ректификации примесей. По табл. VIII—10 и рис. VIII—2 мы можем определить характер примеси и предсказать ее поведение в колонне при перегонке.

Значения коэффициентов K и K' , приведенные в таблицах, получены на основании экспериментов, не учитывающих совместного нахождения в смеси многих примесей. Это, разумеется, вносит некоторые погрешности в определение величин K и K' . Оба эти коэффициента отражают сложные отношения молекулярных сил сцепления и отталкивания между однородными и разнородными молекулами сложной системы. При этом следует помнить, что температура кипения или давление пара примеси не является решающим фактором. Примеси, имеющие более высокую температуру кипения, чем вода или этиловый спирт, могут улетучиваться в относительно больших количествах, чем этиловый спирт и вода.

Например, при низких концентрациях этилового спирта коэффициент испарения изоамилового спирта будет больше, чем у этилового спирта, хотя при нормальном давлении температура кипения изоамилового спирта 132°C , а этилового — 78°C .

Таким образом, несмотря на большее давление пара этилового спирта в свободном состоянии, изоамиловый спирт при не-

которых условиях будет испаряться в относительно большом количестве. В этом сказывается большое сродство воды и этилового спирта. При уменьшении количества воды в смеси соотношение молекулярных сил изменяется и коэффициент испарения этилового спирта становится больше коэффициента испарения изоамилового спирта.

Представляет интерес также величина коэффициента испарения и ректификации для метилового спирта.

Этот вопрос детально исследован К. П. Андреевым и С. П. Воробьевым [20]. Для малых концентраций метанола (до 1% мас.) коэффициент испарения изменяется в широких пределах — от 12,4 (при содержании этилового спирта в смеси 0,4% об.) до 2 (при содержании этилового спирта 97% об.). Таким образом, коэффициент испарения метилового спирта уменьшается с увеличением концентрации этилового спирта в

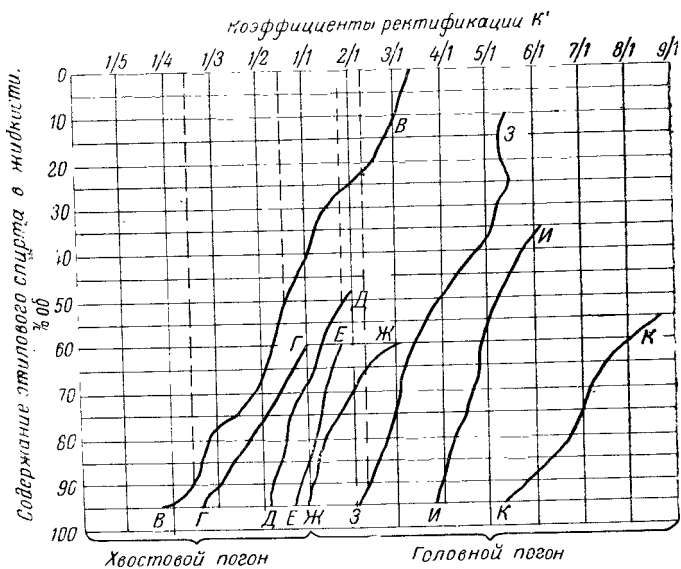


Рис. VIII-2. Коэффициенты ректификации некоторых примесей этилового спирта:

В — для изоамилового спирта, Г — для изовалерианоизоамилового эфира, Д — для уксусноизоамилового эфира, Е — для изовалерианоэтилового эфира, Ж — для изобутилоэтилового эфира, З — для уксусноэтилового эфира, И — для уксуснометилового эфира, К — для муравьиноэтилового эфира.

смеси. Что касается коэффициента ректификации, то он с увеличением концентрации этилового спирта в смеси возрастает (для концентрации метилового спирта в пределах до 1% мас.) от 0,7 (при содержании этилового спирта 0,4% об.) до 2 (при 97% об. этилового спирта).

Следовательно, при низких концентрациях этилового спирта в смеси метиловый спирт будет хвостовой примесью, а при высоких — головной.

Принципиальная основа изложенной выше теории Сореля [21, 22] заключается в том, что процесс очистки рассматривается как следствие растворения примесей в водно-спиртовых растворах. Можно назвать эту точку зрения абсорбционной. С этой же точки зрения подходит к процессу очистки Мариё [23], базирующийся на трудах Сореля.

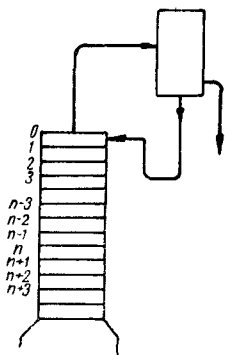


Рис. VIII-3. Схема кубового ректификационного аппарата.

Сорель рассматривает очистку спирта от какой-либо примеси вне зависимости от наличия в системе других примесей. Таким образом, им рассматриваются тройные смеси спирт — вода — примесь. При изучении этого вида системы получены для каждой из отдельных примесей коэффициенты растворимости (летучести) K для различных концентраций водно-спиртовой жидкости.

При рассмотрении процесса очистки примесей в колонне Сорель исходил из материального баланса, составляемого для произвольной тарелки.

Для кубового аппарата вывод строится следующим образом.

Обозначим число тарелок через n , массу паров, протекающих в колонне за единицу времени, через G , а массу флегмы — через Φ ; количество спирта, поступающего в фонарь, через D ; процент примеси в фонаре через β_D . Рассмотрим материальный баланс n -й тарелки (рис. VIII—3). На n -ю тарелку поступают пары G .

В них содержатся примеси:

$$G_{n+1}K_{n+1}\alpha_{n+1}.$$

Это количество примеси уходит частично в фонарь в количестве $D\beta_D$, а остальная часть ее возвращается с флегмой $\Phi_n\alpha_n$.

Уравнение материального баланса примеси запишется так:

$$G_{n+1}K_{n+1}\alpha_{n+1} = D\beta_D + \Phi_n\alpha_n.$$

Отсюда

$$\alpha_n = \frac{G_{n+1}K_{n+1}\alpha_{n+1}}{\Phi_n} - \frac{D\beta_D}{\Phi_n}. \quad (\text{VIII—1})$$

и по аналогии

$$\alpha_{n-1} = \frac{G_n K_n \alpha_n}{\Phi_{n-1}} - \frac{D\beta_D}{\Phi_{n-1}}. \quad (\text{VIII—2})$$

Если принять во внимание постоянство количества флегмы Φ (Сорель дал вывод для массовых единиц, в силу чего, говоря о постоянстве Φ , он имел в виду только случай загрузки колонны спиртом наибольшей крепости), то

$$\alpha_n - \frac{G_{n+1}K_{n+1}z_{n+1}}{\Phi_n} = - \frac{D\beta_D}{\Phi_n}$$

и

$$\alpha_{n-1} - \frac{G_n K_n z_n}{\Phi_{n-1}} = - \frac{D\beta_D}{\Phi_{n-1}}.$$

Правые части этих уравнений равны, следовательно:

$$\alpha_n - \frac{G_{n+1}K_{n+1}z_{n+1}}{\Phi_n} = \alpha_{n-1} - \frac{G_n K_n z_n}{\Phi_{n-1}}.$$

Отсюда!

$$\alpha_{n-1} - \alpha_n = \frac{KG}{\Phi} (\alpha_n - \alpha_{n+1}). \quad (\text{VIII—3})$$

Чтобы написать уравнение (VIII—3), принимают, разумеется, Φ и K постоянными. Что касается K , то принять постоянным его можно только весьма условно для какой-то секции колонны, где концентрация спирта была бы постоянной. Из уравнения (VIII—3) видно, что разница в процентном содержании примесей на двух последовательных тарелках изменяется согласно геометрической прогрессии с знаменателем $\frac{KG}{\Phi}$. Первый член прогрессии равен $(\alpha_k - \alpha_0)$, где α_k — концентрация примеси, поступающей из конденсатора на верхнюю тарелку; α_0 — концентрация примеси на верхней тарелке.

Суммируя ряд членов $(\alpha_k - \alpha_0)$, $(\alpha_0 - \alpha_1)$, $(\alpha_1 - \alpha_2)$, ... $(\alpha_{n-1} - \alpha_n)$, мы, получим в левой части $(\alpha_k - \alpha_n)$, а в правой

$$\frac{\left(\frac{KG}{\Phi}\right)^n - 1}{\frac{KG}{\Phi} - 1} (\alpha_k - \alpha_0). \quad (\text{VIII—4})$$

Приравнявая их, получим:

$$(\alpha_k - \alpha_n) = \frac{\left(\frac{KG}{\Phi}\right)^n - 1}{\frac{KG}{\Phi} - 1} (\alpha_k - \alpha_0). \quad (\text{VIII—5})$$

Исключим из этого уравнения α_0 . Для этого составим второе уравнение для дефлегматора:

$$GK\alpha_0 = (G - \Phi)\beta_D + \Phi\alpha_k, \quad (\text{VIII—6})$$

где член $(G - \Phi)\beta_D$ выражает собой количество примеси, поступающей в фонарь.

Решая это уравнение совместно с уравнением (VIII—5), получим:

$$\alpha_n = \alpha_k - \left[\frac{\beta_D}{K} \left(\frac{\Phi}{G} - 1 \right) + \alpha_k \left(1 - \frac{\Phi}{GK} \right) \right] \frac{\left(\frac{KG}{\Phi} \right)^n - 1}{\frac{KG}{\Phi} - 1}. \quad (\text{VIII—7})$$

Это уравнение связывает α_n — концентрацию примеси в флегме, стекающей с n -й тарелки, и α_k — концентрацию примеси в жидкости из дефлегматора.

Если K велико и $\Phi \approx G$, то можно пренебречь величинами $\frac{\beta_D}{K} \left(\frac{\Phi}{G} - 1 \right)$ и $\frac{\Phi}{GK}$, и тогда уравнение (VIII—3) будет представлено так:

$$\alpha_n = \alpha_k \left[1 - \frac{\left(\frac{KG}{\Phi} \right)^n - 1}{\frac{KG}{\Phi} - 1} \right]. \quad (\text{VIII—8})$$

При весьма большой величине $\frac{KG}{\Phi}$ будем иметь

$$\alpha_n = \alpha_k \left[1 - \left(\frac{KG}{\Phi} \right)^{n-1} \right]. \quad (\text{VIII—9})$$

Рассматривая изложенное, мы можем сделать следующие замечания о методе Сореля.

1. Каждая примесь рассматривается отдельно.
2. При рассмотрении процесса очистки исходят из уравнений материального баланса и соотношений концентраций примеси в парах и жидкости. Это соотношение задается коэффициентом K .
3. Для упрощения формул принимают, что Φ , G и K постоянны.

Первые два условия справедливы, если вести расчеты в молевых единицах, а последнее из них является недостатком развитой выше теории, так как фактически K меняется в широких пределах.

Основываясь на тех же положениях, Марийе [23], пользуясь методом Сореля, предложил следующую формулу для подсчета эффекта эapurации в непрерывно действующей эapurационной колонне:

$$\alpha_0 = \alpha_n \left(1 - \frac{KG}{\Phi} \right) \left[\frac{\left(\frac{KG}{\Phi} \right)^n - 1}{\frac{KG}{\Phi} - 1} \right]. \quad (\text{VIII—10})$$

В этом уравнении: α_0 — процентное содержание примеси на верхней тарелке; α_n — процентное содержание примеси на нижней тарелке.

Речь идет, разумеется, о нижней части элюационной колонны.

Это уравнение предполагает также постоянство K . Оно дает возможность подсчитать отношение $\frac{\alpha_n}{\alpha_0}$ для заданных чисел тарелок n и отношения $\frac{KG}{\phi}$.

Погрешность этой формулы тем больше, чем больше разность концентраций спирта на тарелках колонны.

Теория ректификации, изложенная выше и развитая главным образом Сорелем, Барбэ и Марийе, еще и по настоящее время не утратила своего значения. Она была положена в основу при разработке современных типов ректификационных и брагоректификационных аппаратов, и, как это очевидно, дала плодотворные результаты.

Однако она не лишена существенных недостатков. Прежде всего, экспериментальная база этой теории очень ограничена. Эксперименты Сореля, послужившие основанием для определения коэффициентов испарения и ректификации, были проведены при содержании примеси, не превышающем 2,5% об.

В действительности на тарелках ректификационных и элюационных колонн встречаются и более высокие концентрации примесей. Как указано ранее, уравнения Сореля и Марийе выведены для условия, когда K является постоянной величиной, что не соответствует действительности.

Метод Сореля — Марийе не получил развития. В литературе по ректификации почти нет трудов, посвященных рассмотрению с этой точки зрения процессов ректификации спирта.

За время, истекшее с момента опубликования трудов Сореля, общая теория ректификации шагнула далеко вперед. В частности, широкое развитие получили графические методы расчета колонн для бинарных смесей, отличающиеся простотой и наглядностью.

Одновременно положение о равенстве молярного перелива в колонне позволяет сильно упростить все расчеты, сделав их в то же время более точными. Поэтому целесообразно представить новый метод расчета ректификации примесей. Этот метод, базируясь на принятии основного положения абсорбционной теории очистки от примесей, должен избежать погрешностей метода Сореля. Такой метод был разработан автором [24, 25] для анализа движения примесей в аппаратах непрерывного действия. Метод получил название графического метода анализа движения примесей.

Графический метод анализа процесса очистки этилового

спирта от примесей дает возможность рассмотреть движение примеси в колоннах и представить это движение в наглядной графической форме.

Метод позволяет выявить накопление примеси в колонне и установить зону максимальной ее концентрации.

Графический метод изложен в указанных источниках [24, 25]. Он применим для анализа работы не только элюционной, но и любой колонны периодического и непрерывного действия¹.

Проведенный по этому методу анализ процесса очистки показал возможность переработки спирта-сырца на непрерывно действующих ректификационных аппаратах без предварительного разбавления.

§ 4. СОВРЕМЕННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ РАВНОВЕСИЯ В ТРОИНЫХ СИСТЕМАХ СПИРТОВОГО ПРОИЗВОДСТВА

Отмеченная выше недостаточность экспериментальной базы теории ректификации вызвала необходимость новых исследований равновесия в тройных системах спиртового производства. Эти исследования проведены во ВНИИГСе, КТИППе, в Воронежском технологическом институте и в других научно-исследовательских учреждениях.

В них изучалось равновесие в широком интервале концентраций, охватывающем все концентрации, которые встречаются на тарелках колонн.

К сожалению, этими экспериментами охвачены далеко не все примеси.

Мы уже упоминали о работах Андреева [20] по изучению равновесия в системе вода — этанол — метанол.

Остановимся на этой работе более подробно.

В табл. VIII—II приведены равновесные данные для этой системы, полученные Андреевым и Воробьевым при помощи циркуляционного метода. На рис. VIII—4 те же данные представлены в виде треугольной диаграммы.

Выводы, сделанные авторами из рассмотрения результатов работы, заключались в следующем.

1. Коэффициент ректификации метанола в водно-спиртовых смесях растет с возрастанием содержания этилового спирта.

2. При больших разбавлениях водно-спиртового раствора водой коэффициент ректификации метанола становится меньше единицы и метанол приобретает характер хвостовой примеси.

¹ Этот метод был использован Ю. П. Богдановым и В. П. Грязновым при исследовании элюционной колонны двухпоточного аппарата. См. диссертационную работу Ю. П. Богданова. Исследование процесса очистки спирта на двухпоточном БРА. Воронежский химико-технологический институт, 1966.

Таблица VIII-11

Равновесие фаз в системе метанол — этанол — вода* при нормальном давлении:

Состав жидкой фазы				Состав паровой фазы				Коэффициент испарения		Коэффициент ректификации метанола
% мас.		% мол.		% мас.		% мол.		метанола	этанола	
метанол	этанол	метанол	этанол	метанол	этанол	метанол	этанол			
0,30	0,33	0,16	0,14	5,35	5,37	3,18	2,23	18,40	16,30	1,13
0,30	91,12	0,38	80,30	0,37	92,51	0,48	83,37	1,23	1,01	1,23
0,50	81,31	0,60	73,28	0,71	89,85	0,80	78,16	1,42	1,02	1,39
0,55	93,29	0,72	84,97	1,19	93,09	1,57	85,10	2,18	1,00	2,18
0,56	97,25	0,78	93,81	1,61	96,94	2,22	91,70	2,86	0,99	2,91
0,71	93,80	0,80	87,93	1,39	94,24	1,86	87,74	1,96	1,01	1,94
0,72	98,00	1,01	95,73	1,99	96,06	2,76	92,44	2,76	0,98	2,82
0,79	0,96	0,45	0,38	3,98	7,79	2,39	3,25	5,04	8,10	0,62
0,79	90,92	1,00	80,35	2,38	90,46	3,05	80,64	3,00	0,99	3,03
0,79	5,61	0,47	2,28	2,38	36,06	1,74	18,32	3,01	6,03	0,47
1,03	1,43	0,58	0,57	8,00	9,46	4,91	5,04	7,50	6,60	1,13
1,43	97,27	2,04	94,78	2,38	95,87	3,36	92,35	2,22	0,98	2,17
1,59	3,11	0,91	1,24	3,98	28,43	2,76	13,74	2,50	9,14	0,27
1,59	46,40	1,28	25,65	3,18	74,48	3,35	54,69	2,00	1,61	1,25
1,59	89,69	2,00	78,58	3,18	89,23	3,92	78,82	2,00	0,99	2,02
1,98	1,28	1,14	0,49	10,10	7,19	6,23	3,07	5,10	5,62	0,91
3,12	21,97	3,60	65,81	5,60	82,35	6,64	67,92	1,80	1,02	1,44
3,20	94,10	4,35	89,11	5,39	91,78	7,14	85,88	1,65	0,98	0,68
3,50	42,42	2,71	22,72	7,73	69,74	8,03	50,37	2,20	1,65	1,33
3,50	21,90	2,31	10,06	8,20	61,07	7,79	40,37	2,34	2,79	0,84
6,30	89,92	8,10	83,04	10,17	86,05	13,26	77,96	1,61	0,95	1,68
7,30	84,57	9,06	73,00	10,20	82,58	12,67	71,38	1,40	0,97	1,44
8,18	88,80	10,86	82,01	13,30	84,75	17,31	77,72	1,61	0,95	1,69
10,00	67,00	10,25	47,82	16,60	67,14	18,03	50,61	1,66	1,00	1,66
15,35	72,17	17,50	57,20	21,68	68,56	25,00	55,00	1,41	0,95	1,48
15,60	20,66	10,87	10,05	27,87	44,34	25,80	28,50	1,79	2,15	0,83
16,10	80,40	20,57	71,47	21,09	76,76	27,55	67,45	1,31	0,96	1,36
21,00	72,50	25,29	60,77	28,10	66,47	33,47	55,03	1,36	0,92	1,46
22,40	20,03	16,17	10,04	42,00	36,92	39,94	24,42	1,88	1,84	1,02
26,40	3,60	17,90	1,63	61,50	9,74	51,50	5,60	2,33	2,70	0,86
27,90	61,00	30,90	47,00	37,74	55,27	42,60	42,60	1,35	0,90	0,48
30,90	62,94	35,83	51,44	38,10	57,20	44,17	46,15	1,23	0,91	0,35
34,04	39,90	31,48	25,68	47,26	39,31	47,99	27,77	1,39	0,99	1,39
35,15	63,11	42,79	53,40	43,41	54,98	51,27	45,17	1,24	0,87	1,42
35,60	58,88	41,04	46,62	43,20	52,48	49,43	41,78	1,21	0,90	1,35
36,47	23,83	29,52	13,43	52,26	30,87	50,38	20,71	1,48	1,21	1,21
41,86	56,25	49,58	46,44	48,85	49,62	56,76	40,58	1,17	0,88	1,33
44,80	5,10	32,37	2,58	73,50	7,62	65,10	4,66	1,64	1,49	1,19
49,62	39,13	51,00	28,50	61,00	33,70	65,00	25,00	1,23	0,85	1,45
51,60	44,51	57,08	34,10	59,00	37,51	69,69	29,52	1,14	0,85	1,34
56,70	23,92	52,60	15,44	73,20	18,79	72,85	12,97	1,29	0,79	1,63
58,50	40,80	66,20	32,10	67,30	32,20	74,20	24,40	1,15	0,79	0,45
66,63	11,80	58,80	7,20	81,82	11,16	80,30	7,50	1,23	0,99	1,24
67,50	27,00	70,40	19,42	75,50	20,70	79,30	15,00	1,12	0,77	1,45
69,50	27,53	74,00	20,40	75,76	22,46	80,00	16,30	1,09	0,82	1,34
75,96	21,69	79,64	16,00	80,07	18,27	83,61	13,33	1,06	0,84	1,25
86,30	7,59	84,23	5,16	92,73	5,18	92,69	3,60	1,07	0,68	1,57
87,00	11,06	88,65	7,83	92,10	6,76	93,19	4,76	1,06	0,61	1,74

* Вода определяется по разности.

3. Очистку спирта от метанола следует вести в крепких неразбавленных растворах.

В ректификационной лаборатории ВНИИГСа были поставлены также опыты по изучению равновесия в системе этанол — изоамилол — вода. Исследования проводились на аппарате дистилляционного типа; результаты приведены в табл. VIII—12.

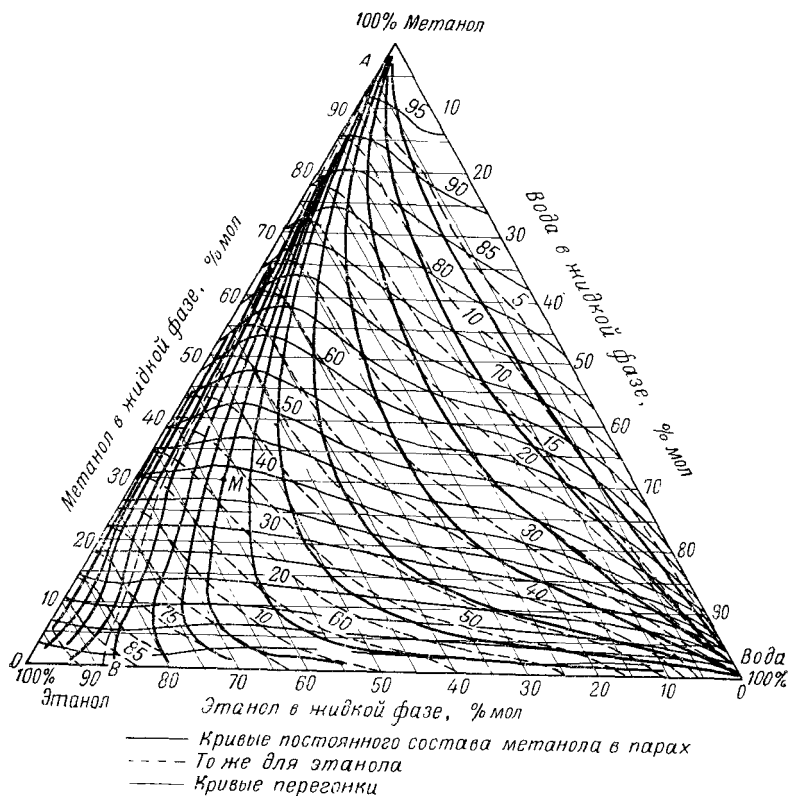


Рис. VIII-4. Диаграмма тройной системы этанол — вода — метанол.

Анализируя полученные данные, К. П. Андреев [26] сделал существенный вывод: ни в одном из исследованных случаев коэффициент испарения изоамилола не превышал 0,875, т. е. неизменно был менее 1. Состав паровой фазы во всех случаях обогащался этанолом сильнее, чем изоамилолом. Это указывает на то, что при высоких концентрациях изоамилола (более 2% мас.) он остается хвостовой примесью при всех концентрациях этанола.

Равновесие фаз в системе этанол — вода — изоамилол

Содержание в жидкости, % мас.			Содержание в парах, % мас.			Коэффициент испарения		Коэффициент ректификации изоамилола
изоамилола	этанолола	воды	изоамилола	этанолола	воды	изоамилола	этанола	
45,0	10,0	45,0	32,66	31,66	35,68	0,726	3,166	0,232
49,24	3,17	47,59	36,78	21,87	41,35	0,747	6,899	0,108
30,0	50,0	20,0	7,85	71,27	20,88	0,262	1,425	0,184
36,39	43,15	20,46	11,32	66,13	22,55	0,338	1,389	0,244
20,0	50,0	30,0	7,05	70,20	22,74	0,352	1,404	0,250
23,86	43,78	32,36	11,16	63,84	25,0	0,467	1,458	0,320
22,45	28,33	47,22	16,18	56,92	26,90	0,662	2,099	0,329
26,47	20,85	52,68	21,50	45,85	32,65	0,812	2,199	0,369
19,90	30,31	49,79	13,98	56,02	30,0	0,702	1,835	0,382
21,23	23,34	55,43	18,58	49,32	32,10	0,875	2,114	0,414
20,01	69,99	10,0	4,36	84,09	11,55	0,217	1,201	0,180
24,57	65,66	9,77	5,54	82,51	11,95	0,225	1,255	0,179
20,01	69,99	10,00	4,24	84,16	11,60	0,212	1,203	0,176
25,50	65,00	9,50	5,29	82,94	11,77	0,204	1,268	0,161
44,74	29,82	25,44	17,10	54,30	28,60	0,382	1,821	0,209
53,33	25,18	21,49	21,42	47,18	31,40	0,401	1,873	0,214
4,99	70,05	24,96	0,62	82,03	17,35	0,126	1,171	0,107
6,15	66,36	27,49	2,26	80,23	17,51	0,238	1,208	0,304

Отсюда Андреев сделал вывод о целесообразности отборасивушной фракции не в парах, а в жидкой фазе.

Исследование равновесия в тройной системе этанол — вода — изоамилол продолжил в Киевском технологическом институте пищевой промышленности Б. Д. Метюшев [27, 28]. Им исследованы с применением циркуляционного метода системы с содержанием изоамилола в жидкой фазе от 10 до 80% мас. Результаты опытов Б. Д. Метюшева наглядно представлены им в двух графиках (рис. VIII—5 и VIII—6).

На графике рис. VIII—6 нанесены коэффициенты ректификации изоамилола при содержании его в смеси от 10 до 60% мас. и различной крепости жидкой фазы по этанолу.

Из рассмотрения этого

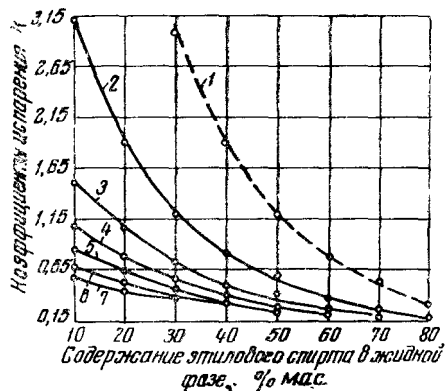


Рис. VIII-5. Диаграмма изменения коэффициентов испарения изоамилола при различном содержании его в смеси:
1 — 2% (кривая Сореля), 2 — 10%, 3 — 20%,
4 — 30%, 5 — 40%, 6 — 50%, 7 — 60%.

графика вытекает, что коэффициенты ректификации изоамилола, полученные на основании данных Сореля, пригодны только для тройной системы с содержанием изоамилола 2% мас. Коэффициенты ректификации при других содержаниях изоамилола в жидкости, начиная с 10%, имеют значение меньше 1. Судя по ходу кривых, они будут менее 1 во всем интервале концентраций этанола уже при 6—7% изоамилола и выше.

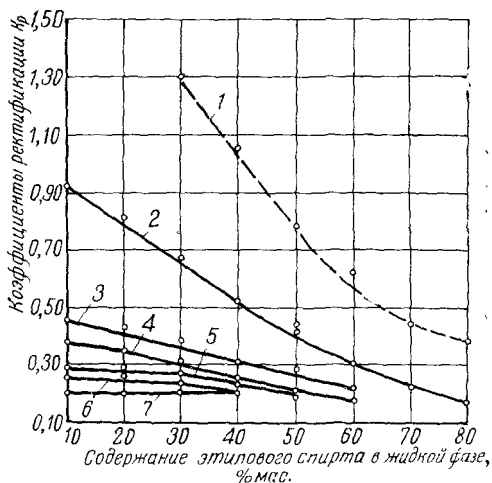


Рис. VIII-6. Диаграмма изменения коэффициентов ректификации изоамилола. Обозначения те же, что и на рис. VIII-5.

Таким образом, данные Метюшева [28] подтверждают вывод Андреева об исключительно хвостовом характере изоамилола при высоких концентрациях его в жидкой фазе, а также показывают, что коэффициенты ректификации зависят от концентрации примеси.

Из опытов Метюшева вытекает, что пользоваться данными Сореля для определения пункта отбора изоамилола из колонны нельзя, так как они относятся к той концентрации, которая не встречается в зоне отбора сивушного масла.

Тем же методом Метюшев провел исследования системы изобутанол — вода — этанол [29].

В этой работе изучено фазовое равновесие при содержании изобутанола от 2 до 20% мас. в водно-спиртовых растворах крепостью от 10 до 80% мас. Полученные экспериментальные данные сведены в табл. VIII—13.

При рассмотрении этой таблицы видно, что, как и для изоамилола, коэффициенты испарения зависят не только от крепости этанола, но и от концентрации изобутанола. При увеличении

Таблица VIII-13

Равновесие фаз в системе изобутанол — вода — этанол

Состав жидкой фазы, % мас.			Состав паровой фазы, % мас.			Коэффициент испарения		Коэффи- циент рек- тификации изобута- нола
изобута- нол	этанол	вода	изобута- нол	этанол	вода	изобута- нола	этанола	
2,00	10,00	88,00	17,00	40,45	42,55	8,5	4,05	2,10
2,00	20,00	78,00	10,05	56,18	33,77	5,02	2,81	1,79
2,00	30,00	68,00	5,05	63,05	31,90	2,52	2,10	1,20
2,00	40,00	58,00	3,70	67,07	29,23	1,85	1,68	1,10
2,00	50,00	48,00	2,81	71,37	25,82	1,40	1,43	0,98
2,00	60,00	38,00	2,27	75,96	21,77	1,13	1,27	0,89
2,00	70,00	28,00	1,87	79,98	18,15	0,94	1,14	0,84
2,00	80,00	18,00	1,80	84,56	13,64	0,90	1,06	0,84
5,00	10,00	85,00	27,45	31,37	41,23	5,49	3,13	1,75
5,00	20,00	75,00	17,80	49,11	33,09	3,56	2,45	1,45
5,00	30,00	65,00	10,87	56,30	32,83	2,17	1,88	1,15
5,00	40,00	55,00	7,25	63,65	29,10	1,45	1,59	0,91
5,00	50,00	45,00	4,75	70,83	24,42	0,95	1,41	0,67
5,00	60,00	35,00	3,76	75,71	20,52	0,75	1,26	0,60
5,00	70,00	25,00	3,30	80,83	15,87	0,66	1,15	0,57
5,00	80,00	15,00	2,69	84,87	12,44	0,54	1,06	0,50
10,00	10,00	80,00	38,45	28,54	33,02	3,85	2,85	1,35
10,00	20,00	70,00	25,50	44,80	29,70	2,55	2,24	1,12
10,00	30,00	60,00	18,10	57,00	24,90	1,81	1,90	0,95
10,00	40,00	50,00	12,70	60,00	27,30	1,27	1,50	0,85
10,00	50,00	40,00	9,50	70,50	20,00	0,95	1,41	0,67
10,00	60,00	30,00	7,32	77,78	19,90	0,73	1,21	0,60
10,00	70,00	20,00	6,44	78,16	15,40	0,64	1,12	0,57
10,00	80,00	10,00	6,39	83,95	19,96	0,64	1,05	0,50
15,00	10,00	75,00	44,79	22,36	32,85	2,99	2,24	1,33
15,00	20,00	65,00	31,50	37,25	31,25	2,03	1,86	1,09
15,00	30,00	55,00	21,29	50,44	28,27	1,42	1,68	0,85
15,00	40,00	45,00	16,38	58,21	25,41	1,09	1,45	0,75
15,00	50,00	35,00	11,38	66,29	23,33	0,76	1,32	0,58
15,00	60,00	25,00	9,64	72,37	17,99	0,64	1,21	0,53
15,00	70,00	15,00	7,45	80,81	11,74	0,50	1,15	0,43
15,00	80,00	5,00	5,85	88,18	5,97	0,39	1,10	0,35
20,00	10,00	70,00	47,82	19,14	33,04	2,39	1,91	1,25
20,00	20,00	60,00	34,71	35,27	29,82	1,73	1,76	0,98
20,00	30,00	50,00	26,03	46,44	27,53	1,30	1,54	0,84
20,00	40,00	40,00	18,80	55,56	25,64	0,94	1,39	0,68
20,00	50,00	30,00	13,43	65,42	21,15	0,67	1,31	0,51
20,00	60,00	20,00	11,64	70,78	17,58	0,58	1,18	0,49
20,00	70,00	10,00	8,56	79,57	11,87	0,43	1,14	0,37

концентрации изобутанола уменьшаются его коэффициенты испарения. Для каждой концентрации изобутанола имеется критическая крепость, при которой коэффициент ректификации его $K' = 1$.

Аналогичная работа была проведена Б. Д. Метюшевым для системы пропанол — вода — этанол [30]. Равновесие в этой тройной системе изучалось при изменении концентрации пропанола от 0,02 до 6,1% мас. Концентрация этанола изменялась от 10 до 91% мас.

Полученные данные о равновесии в изучаемой тройной системе представлены в табл. VIII—14.

Таблица VIII-14
Равновесие фаз в системе пропанол — вода — этанол

Состав жидкой фазы, % мас.			Состав паровой фазы, % мас.			Коэффициент испарения		Коэффициент ректификации пропанола
пропанол	этанол	вода	пропанол	этанол	вода	пропанола	этанола	
1,89	10,1	88,0	13,36	43,7	42,4	7,33	4,33	1,69
1,29	12,1	86,6	10,14	54,5	45,3	7,86	4,50	1,75
0,42	11,2	88,4	3,54	54,9	41,6	8,43	4,90	1,75
0,18	10,9	88,9	1,78	51,4	46,8	9,89	4,70	2,10
0,02	11,1	88,9	0,45	52,7	46,8	22,50	4,76	4,73
3,56	19,8	76,5	14,38	53,4	32,2	4,04	2,67	1,51
1,77	20,06	77,6	7,95	58,0	34,0	4,49	2,81	1,60
0,81	23,5	75,7	3,43	62,3	34,3	4,23	2,65	1,60
0,31	20,0	79,7	1,45	63,7	34,9	4,68	3,18	1,47
0,06	23,0	76,9	0,29	64,7	35,0	4,84	2,81	1,72
4,23	32,7	63,0	9,21	62,9	27,9	2,18	1,92	1,14
2,31	34,1	63,5	6,15	66,0	27,9	2,66	1,93	1,38
0,50	36,7	62,8	1,22	72,9	25,9	2,44	1,98	1,23
0,37	32,3	67,3	0,97	69,7	29,3	2,62	2,16	1,21
0,06	31,4	68,5	0,16	70,0	29,8	2,67	2,23	1,20
4,72	43,5	51,8	6,71	68,8	24,5	1,42	1,58	0,90
3,60	43,6	52,8	4,18	70,9	24,9	1,16	1,63	0,71
0,97	44,0	55,0	0,11	73,4	25,5	1,14	1,67	0,68
0,44	44,3	55,3	0,74	73,7	25,5	1,68	1,66	1,01
0,07	44,3	55,5	0,12	74,4	25,4	1,71	1,68	1,02
6,19	55,9	37,9	5,91	72,4	21,7	0,95	1,29	0,74
3,76	59,9	36,3	3,09	78,1	18,8	0,82	1,30	0,63
1,04	54,7	44,2	1,04	77,6	21,3	1,00	1,42	0,71
0,52	55,4	44,1	0,47	77,4	22,1	0,90	1,40	0,64
0,09	55,3	44,6	0,10	76,3	23,6	1,12	1,38	0,81
6,15	91,2	2,69	2,62	92,6	4,73	0,43	1,02	0,42
3,56	88,8	7,66	1,54	92,4	6,10	0,43	1,04	0,41
1,07	60,3	8,59	0,59	91,2	8,18	0,55	1,01	0,54
0,60	89,9	9,53	0,33	91,2	8,45	0,55	1,01	0,54
0,10	90,1	9,79	0,07	91,2	8,70	0,70	1,01	0,69

На основании данных, представленных на графиках и в таблицах, Б. Д. Метюшев с сотрудниками составили эмпирические уравнения для определения величины коэффициентов испарения и ректификации высших спиртов в зависимости от содержания примеси и крепости водно-спиртового раствора [31, 32].

К. А. Калуняц [33] определил коэффициенты испарения и ректификации уксусной кислоты, работая на аппарате циркуляционного типа. Для исследования были взяты тройная система уксусная кислота — вода — этанол. Были исследованы две концентрации уксусной кислоты 1560—1950 и 150 мг/л, что, как указывает автор, соответствует концентрациям кислоты в бражке и в эфирно-альдегидной фракции.

Результаты исследования приведены в табл. VIII—15.

Таблица VIII-15

Равновесие фаз в системе уксусная кислота — этанол — вода

Состав фаз				Коэффициент испарения		Коэффициент ректификации уксусной кислоты
жидкой		паровой		уксусной кислоты	этанола	
уксусная кислота, мг/л	этанол, % об.	уксусная кислота, мг/л	этанол, % об.			
1950	1,01	1440	11,34	0,738	11,23	0,066
1560	11,00	540	61,62	0,346	5,62	0,062
1800	20,97	420	79,80	0,233	3,81	0,061
1860	50,02	180	89,00	0,097	1,78	0,054
1620	90,01	90	93,60	0,055	1,04	0,053
1800	96,71	90	96,71	0,050	1,00	0,050
150	19,93	132	76,41	0,88	3,83	0,230
150	50,02	60	89,00	0,40	1,78	0,225
150	69,99	30	89,58	0,20	1,28	0,156
150	80,02	18	90,52	0,12	1,13	0,106
150	96,71	15	96,71	0,10	1,00	1,100

Данные табл. VIII—15 показывают, что при всех исследованных концентрациях уксусная кислота остается хвостовой примесью.

И. П. Венскевичюс с сотрудниками [34] провел определение коэффициентов испарения и ректификации альдегидов поляриметрическим методом. При определении коэффициентов испарения K и ректификации K' уксусного альдегида содержание уксусного альдегида в исходном растворе было принято равным 0,1%.

При определении коэффициентов акролеина и кротонового альдегида концентрация этих альдегидов была принята 0,006÷0,016% и 0,005÷0,02%. Данные, полученные авторами [34], представлены в табл. VIII—16.

Таблица VIII-16

Крепость исходного спирта, % об.	Уксусный альдегид		Акролеин		Кротоновый альдегид	
	К	К'	К	К'	К	К'
95	4,6	4,6	3,91	3,89	1,06	1,055
90	4,9	4,8	4,27	4,18	1,08	1,06
80	5,75	5,35	4,88	4,52	1,20	1,11
70	6,25	5,35	5,42	4,63	1,44	1,23
60	7,0	5,4	6,40	4,92	1,60	1,23
50	8,75	5,85	7,99	5,32	1,95	1,30
40	10,7	5,95	10,2	5,66	2,59	1,42
30	13,9	6,0	13,06	5,56	4,73	2,04
20	17,4	5,25	15,96	4,82	8,92	2,70
10	23,2	4,55	19,6	3,84	13,6	2,67

Интересные исследования проведены в УкрНИИСПе А. С. Егоровым, Г. Л. Висневской и Е. В. Сокольской [35], изучавшими поведение азотистых соединений при ректификации спирта. Авторы разработали уточненную методику определения азотистых соединений и, пользуясь ею, нашли, что летучие азотистые соединения, содержащиеся в бражке, имеют характер хвостовых примесей и при ректификации переходят в сивушное масло.

Обширные исследования в области изучения равновесия в системах вода — этанол — примесь проведены также под руководством С. Е. Харина в Воронежском технологическом институте [36, 37].

Работы, изложенные выше [27—37], вносят существенные коррективы в ранее существовавшие представления и указывают новые пути организации очистки спиртов от примесей. Одним из основных достижений является установление того факта, что поведение примеси при ректификации определяется не только концентрацией этанола, но концентрацией самой примеси. Это положение, экспериментально доказанное, дает возможность более точно выбирать место отбора примесей при конструировании и эксплуатации ректификационных аппаратов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Климовский Д. Н., Стабников В. Н. Технология спирта. Изд. 3-е. Пищепромиздат, 1960.
2. Фертман Г. И., Шульман М. С. Физико-химические основы производства спирта. Пищепромиздат, 1960.
3. Суходол В. Ф. Водная экстракция сивушного масла на спиртовых заводах. КТИП. Диссертация, 1966.
4. Грачева И. М. Труды ЦНИИСПа. Вып. IX, 1961.
5. Веселов И. Я. Научные чтения. Пищепромиздат, 1951.

6. Веселов И. Я., Коган А. Г., Грачева И. М. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 8.
7. Раев З. А., Базилович К. К., Кордюкова Н. С., Тихомирова Е. И. Труды УкрНИИСПа. Вып. 6, 1960.
8. Климовский Д. Н. и др. «Спиртовая промышленность», 1954, № 4.
9. Вержбицкая В. А., Малченко А. Л. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 6.
10. Walter. Alcohol Ind. № 21, 1956.
11. Грязнов В. П. и др. Труды ЦНИИСПа. Вып. XI, 1961.
12. Грязнов В. П. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 6.
13. Грязнов В. П., Ржечицкая Г. В. Труды ЦНИИСПа. Вып. VIII, 1959.
14. Томашек, Chem. Zvestr. № 3—4, 1953.
15. Lafon, Ann. Inst. Agron. № 2, 1955.
16. Забродский А. Г. Сборник работ по спиртовой промышленности, № 2. Гостехиздат Украины, 1938.
17. Залеская М. И. «Микробиология». Т. VII. Вып. 5, 1938.
18. Маравин Л. Н., Тихвинская С. В. Труды ВНИИСПа. Вып. VII, 1959.
19. Цыганков П. С. Исследование брагоректификационных аппаратов, работающих под атмосферным давлением. Автореферат докторской диссертации. Киев, КТИПП. 1965.
20. Андреев К. П., Воробьев С. П. «Гидролизная промышленность», 1944, № 2.
- ✓ 21. Sorel E., Distillation et Rectification, 1899.
- ✓ 22. Колтановский П. Ректификация периодическая и непрерывная, 1902.
- ✓ 23. Марийе Ш. Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Снабтехиздат, 1934.
- ✓ 24. Стабников В. Н. Графический метод анализа процесса очистки спирта. Гостехиздат Украины, 1950.
- ✓ 25. Стабников В. Н., Харин С. Е. Теоретические основы перегонки и ректификация спирта. Пищепромиздат, 1951.
26. Андреев К. П. и др. Очистка гидролизного и сульфитного спирта от сивушных масел. Отчет по теме ВНИИГСа № 100, 1951.
27. Метюшев Б. Д. Труды КТИППа. Вып. 15, 1955.
28. Метюшев Б. Д. Труды КТИППа. Вып. 19, 1958.
29. Метюшев Б. Д. «Известия вузов. Пищевая технология», 1960, № 4.
30. Метюшев Б. Д. «Известия вузов. Пищевая технология» 1963, № 4.
31. Метюшев Б. Д., Петрова Р. С. «Известия вузов. Пищевая технология», 1963, № 4.
32. Метюшев Б. Д., Мандзюк А. И., Петрова Р. С. Труды КТИППа. Вып. 27, 1963.
33. Калунянц К. А. Труды ЦНИИСПа. Вып. IX, 1960.
34. Венскевичюс И. П., Бернатонис П. В., Бернатонис Б. В. «Пищевая промышленность», Сборник № 4, ЦИНТИПищепром, 1962.
35. Егоров А. С., Висневская Г. Л., Сокальская Е. В. Труды УкрНИИСПа. Вып. 5, 1959.
36. Харин С. Е., Перельгин В. М. «Известия вузов. Химия и химическая технология». № 2, 1966; № 2, 1967; № 4, 1965; № 8, 1968.
37. Харин С. Е., Перельгин В. М., Волков А. Г. «Известия вузов. Пищевая технология». № 4, 1968; № 5, 1968; № 2, 1966.

ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ СРЕДСТВА ОЧИСТКИ СПИРТА

В процессе перегонки и ректификации стремятся получить спирт, удовлетворяющий требованиям стандарта. Решение этой задачи может быть облегчено применением вспомогательных средств очистки.

К таким средствам относятся: химическая, адсорбционная, ионитная и тепловая обработка спирта.

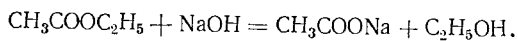
Рассмотрим эти методы очистки спирта.

§ 1. ХИМИЧЕСКАЯ ОЧИСТКА СПИРТА-СЫРЦА

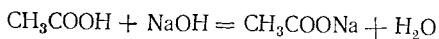
Химическая обработка спирта является вспомогательной операцией, содействующей очистке спирта от примесей, трудно выделяемых методом ректификации. Химическая очистка рассчитана на устранения из сырца кислот, эфиров, альдегидов и непредельных соединений.

Для воздействия на эфиры и кислоты применяют едкую щелочь (NaOH), для воздействия на альдегиды и непредельные соединения — слабый раствор марганцовокислого калия. Иногда химическая очистка проводится только одной щелочью [1, 2].

Под действием щелочи эфиры омыляются. Одновременно выделяется спирт, а кислота образует соответствующую натриевую соль. При омылении уксусноэтилового эфира, например, образуются уксуснокислый натрий и этиловый спирт по уравнению

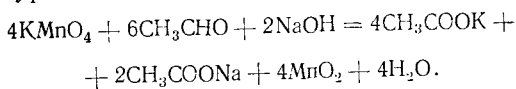


Первый из них не летуч. Свободные кислоты, находящиеся в сырце, также связываются щелочью, образуя соответствующие нелетучие соли. Летучая уксусная кислота, содержащаяся в сырце, образует нелетучий уксуснокислый натрий в соответствии с уравнением



Таким образом, щелочь улучшает качество сырца, связывая летучие кислоты и кислотные остатки эфиров. Применение мар-

ганцовокислого калия основано на его окислительной способности. Слабый раствор KMnO_4 как в кислой, так и в щелочной среде окисляет альдегиды и непредельные соединения. Однако во избежание окисления этилового спирта очистку сырца им рекомендуется проводить в слабощелочной среде. В этих условиях на две молекулы KMnO_4 выделяется 3 атома кислорода, которые и окисляют органические примеси. Так, при окислении ацетальдегида перманганатом в присутствии щелочи реакция протекает по уравнению



Марганцовокислый калий при реакции окисления образует перекись марганца. Следует отметить, что при исправлении сырца химическим способом избыток как едкой щелочи, так и перманганата вреден. Избыток щелочи приводит к тому, что щелочь, воздействуя на спирт, переводит его в альдегид. Избыток перманганата после окисления альдегидов и непредельных соединений также окисляет спирт. Поэтому из многочисленных методов, предложенных для исправления спирта, нельзя рекомендовать те из них, которые дают общие рецепты, не учитывая особенностей исправляемого сырца. В каждом отдельном случае следует проводить расчет количества необходимых реактивов на основании анализа сырца. Из методов исправления, основанных на предварительном анализе состава сырца, останемся на методе А. Н. Грацианова.

По методу Грацианова количество щелочи, необходимой для связывания кислот и омыления эфиров, устанавливают предварительным определением. Для этого 100 мл сырца кипятят с 10 мл децинормальной щелочи в колбе с обратным холодильником в течение часа. После охлаждения в колбу вводят 10 мл децинормальной H_2SO_4 и избыток введенной кислоты оттитровывают децинормальным раствором NaOH при индикаторе фенолфталеине. Количество пошедшей на титрование щелочи необходимо добавить на каждые 100 мл сырца. Раствор щелочи вводят в два приема. Вначале берут только половину расчетного количества в виде 10%-ного раствора NaOH , после 10—15 мин перемешивания со щелочью в сырец вводят 2%-ный раствор перманганата в таком количестве, чтобы окислить лишь соединения непредельного характера. Необходимое количество устанавливают предварительным опытом. Для этого в коническую колбу емкостью около 100 мл наливают 1 мл раствора KMnO_4 (0,2 г на 1 л воды) и из бюретки при постоянном взбалтывании колбы приливают исследуемый сырец при скорости истечения около 20—30 мл/мин до тех пор, пока спирт не приобретет розовато-желтой окраски. Количество

спирта, идущего на раскисление взятых 0,0002 г KMnO_4 , является исходной величиной для определения количества перманганата, необходимого для исправления спирта. После введения раствора KMnO_4 еще раз перемешивают сырец и реагенты, а затем оставляют в покое на 6 ч. По истечении этого срока возобновляют перемешивание и добавляют оставшуюся половину щелочи. Через 5—10 мин перемешивание прекращают и сырец может быть направлен на ректификацию.

Ниже приводятся данные, позволяющие судить о результатах химического исправления спирта-сырца (по Грацианову).

	До обработки	После обработки
Органолептические свойства	Нормальные	Нормальные
Крепость, % об.	89,8	89,2
Содержание кислот, мг/л	40,0	13,5
Содержание эфиров, мг/л	509,6	59,2

При проведении ректификации спирта по так называемому единственному методу спирт-сырец не подвергается предварительной очистке щелочью и марганцовокислым калием. Химическая очистка проводится внутри колонны щелочью, которую непрерывно подают в колонну [3].

Представляет большой интерес вопрос о применении химической очистки для обработки спирта, полученного из дефектного сырья. В. П. Грязнов и Г. В. Ржечицкая [4] исследовали действие марганцовокислого калия, едкого натра и кислого сернистокислого натрия на альдегиды, содержащиеся в спирте, полученном при переработке дефектного сырья. Обработке подвергались растворы масляного альдегида, акролеина и уксусного альдегида в чистом этиловом спирте. Авторы выяснили, что примененные ими реактивы не оказывают влияния на акролеин. Что касается уксусного и масляного альдегидов, то обработка спирта щелочью и кислым сернистокислым натрием дала положительные результаты.

При переработке дефектного крахмалистого сырья и меласы иногда задают щелочь на верхнюю тарелку ректификационной колонны с целью улучшения пробы на окисляемость.

Как правило, это увеличивает время окисляемости, однако всегда ведет к ухудшению органолептических показателей ректификата.

Как показали П. С. Цыганков и Ю. Д. Слива [5], улучшение показателей спирта при введении щелочи в спирт только кажущееся. Щелочь придает спирту неприятную горечь. Увеличение же времени окисляемости создает видимость улучшения качества спирта.

§ 2. ОБРАБОТКА СПИРТА АКТИВИРОВАННЫМ УГЛЕМ

Активированными называют угли, которые после специальной обработки приобретают огромную поверхность адсорбции и поры которых вследствие этой обработки освобождены от смолистых веществ.

Активированные угли являются универсальными поглотителями для примесей спирта. Это свойство активированных углей было установлено Н. Д. Зелинским [6] при разработке проблемы денатурации спирта.

Применение адсорбционных методов очистки водно-спиртовых смесей известно давно. На казенных винных складах в дореволюционной России широко применялся метод очистки водно-спиртовых смесей путем фильтрации через слой березового или липового угля. Уголь загружали в колонки высотой до 4000 мм, которые соединялись в батареи по 4—7 штук. В этих колонках водно-спиртовой раствор крепостью 40% об. фильтровался последовательно через уголь со скоростью, обеспечивающей длительность контакта с углем не менее 24 ч.

Позднее для очистки водно-спиртовых смесей на ликеро-водочных заводах Союза получило по рекомендации проф. А. Н. Шустова применение активированного угля типа норит, поверхность которого в 80—100 раз превышает поверхность обычного древесного угля.

Фильтрация водно-спиртовых смесей улучшает их дегустационные свойства, что может быть объяснено различными соображениями.

Предполагают, что уголь адсорбирует некоторые примеси спирта, которые придают спирту неприятный вкус и аромат. Однако замечено, что уголь не только поглощает примеси, но и каталитически активизирует процесс окисления как самого спирта, так и его примесей. При этом происходит образование органических кислот [7]. Соединяясь со спиртом, они образуют сложные эфиры, например уксусноэтиловый, уксусноизоамиловый и другие.

В течение долгого времени считалось, что очищать водку большим количеством активированного угля нельзя и что контакт водки с углем не должен продолжаться более 30 мин, что объяснялось высокой активностью угля типа норит по сравнению с обычным углем.

Была установлена норма для очистки 40%-ной водки: 16 г угля на 1 дал водки при продолжительности контакта 30 мин.

В. Ф. Комаров [7] исследовал вопрос о применении активированного угля для очистки водно-спиртовых растворов от примесей и пришел к заключению, что большие дозы активированного угля (несколько килограммов на 1 дал водки) в

условиях непрерывной фильтрации ее через слой угля (динамический метод) улучшают дегустационные качества водки.

На основании этого исследования было предложено обрабатывать водку углем в фильтрах, заполненных активированным углем слоем высотой 4 м. При этом фильтры соединялись последовательно по 2 или по 3. Рекомендуемая скорость фильтрации 3,5 м/ч.

При фильтрации происходит селективная адсорбция ряда примесей из сложной поликомпонентной смеси. Интенсивность адсорбции зависит от марки углей. Замечено, что изоамиловый спирт поглощается более интенсивно (26—40%), чем уксусный альдегид (10—16%). С увеличением дозировок угля (до некоторого предела) замечалось повышение пробы на окисляемость (пробы Ланга). Увеличения количества альдегидов за счет окисления не наблюдалось.

В. Ф. Комаровым разработан также простой метод регенерации активированного угля путем обработки его водяным паром (0,7 атм) и холодным воздухом [7].

Таким образом, эти исследования показали, что применение активированного угля для очистки водно-спиртовых смесей от примесей вполне возможно осуществить в условиях непрерывной фильтрации через слой большой высоты.

При этом было доказано, что дегустационные качества фильтруемого раствора улучшаются, по-видимому, за счет извлечения из раствора ингредиентов, сообщающих спирту дурной вкус и запах.

В. Ф. Комаров отмечает большое значение предварительной очистки обрабатываемого раствора от механических примесей путем фильтрации раствора до подачи его в угольный фильтр через песочные фильтры.

Описанные методы очистки до последнего времени не применялись на спиртовых заводах. Однако имеются сведения, что они получают распространение на некоторых зарубежных заводах. Так, на некоторых заводах Франции применяют обработку эюрата активированным углем [8]. Этот прием применяют для получения ректификата особенно высокой очистки. Для этой цели спирт-ректификат разбавляют умягченной водой до 30% об. и вторично эюрируют. Горячий эюрат пропускают через активированный уголь типа норит. Очищенный эюрат подвергают укреплению в ректификационной колонне.

Полагают, что обработка норитом горячего разбавленного эюрата способствует удалению примесей, не улавливаемых аналитически, но портящих вкус и аромат спирта.

М. С. Шульман и А. Н. Бабкова [9] исследовали процесс адсорбции примесей этилового спирта активированным углем марки БАУ. В лабораторных опытах они установили, что активированный уголь извлекает из 50%-ного водно-спиртового ра-

створа уксусный альдегид при концентрации его, превышающей 0,0005 % мас. При меньшей концентрации замечается увеличение содержания альдегида, как полагают авторы, за счет окисления спирта примесями, имеющимися в активированном угле. Активированный уголь адсорбирует также из 50%-ного водно-спиртового раствора уксусноэтиловый эфир и изоамиловый спирт.

Вопрос о применении активированного угля для очистки спирта изучался также Г. Л. Ошмяном и А. В. Игнатовой применительно к условиям водочного производства [10]. Исследованию подвергали сортировки до и после обработки адсорбентом. Авторы этой работы указывают, что органолептические свойства спирта зависят от качественного состава примесей, поэтому изменение последнего под влиянием обработки активированным углем может изменить органолептические свойства спирта.

Применяя разработанный авторами чувствительный метод аналитического определения, авторы обнаружили в спирте-ректификате соединения многих органических кислот (муравьиной, уксусной, пропионовой и др.). Они выявили, что под воздействием активированного угля качественный состав эфиров и кислот сдвигается в сторону обогащения соединениями большой молекулярной массы. По-видимому, изменение должно быть связано с повышением дегустационной оценки после обработки активированным углем.

Оценивая результаты проводимых исследований, можно считать, что применение активированных углей для очистки спирта в процессе ректификации перспективно и должно быть подвергнуто дальнейшим исследованиям.

§ 3. ОБРАБОТКА СПИРТА ИОНООБМЕННЫМИ СМОЛАМИ

Синтетические ионообменные смолы (иониты) являются твердыми высокомолекулярными соединениями, механически прочными и нерастворимыми в обрабатываемой среде.

По своей структуре всякий ионит состоит из нерастворимых поливалентных ионов, несущих положительный или отрицательный заряд и окруженных подвижными ионами противоположного знака.

Если заряд поливалентного иона отрицателен, а подвижные ионы — положительные, то ионит называется катионитом. Такой ионит способен обмениваться своими подвижными ионами с внешними катионами среды.

Если же высокомолекулярный каркас ионита несет положительный заряд, а подвижные ионы — отрицательны, то такой ионит носит название анионита. Следует иметь в виду, что при ионообменной очистке имеет место и молекулярная адсорбция

на высокоразвитой поверхности ионита за счет действия молекулярных сил.

Хорошо синтезированный ионит теоретически не должен растворяться в воде и в растворах электролитов. На практике, однако, в начале работы ионита имеется более или менее продолжительный период, в течение которого из ионита выщелачиваются растворимые вещества, загрязняющие обрабатываемую среду.

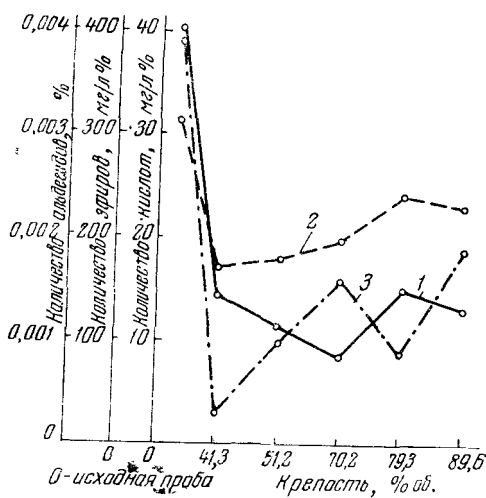


Рис. IX-1. зависимость степени очистки этилового спирта от крепости:

1 — кислоты, 2 — эфиры, 3 — альдегиды.

Иониты изготавливаются в виде зернистой сыпучей массы или в виде листов из пластинок. Листовые иониты употребляются в качестве мембран для фильтрации через них обрабатываемой среды. Для увеличения механической прочности мембраны армируют прочными тканями (стеклоткань) или же формуют их из смеси ионита и эластичного пластика. Иониты получили широкое применение для очистки и умягчения воды. В пищевой промышленности они применяются для очистки сахарных соков

в свеклосахарной промышленности, в производстве фруктовых вод для удаления избытка кислоты и т. д.

Имеются указания на попытки применения ионитов для очистки спирта от примесей [11], однако широкого применения этот метод не получил.

В. П. Грязнов и Г. В. Ржевичкая [4], изучая методы переработки дефектного крахмалистого сырья, применили для очистки водно-спиртовых растворов ионообменные смолы. Эффективность применения ионообменных смол была исследована на спирте-сырце.

Из исследованных ими смол анионит ЭДЭ-10П дал обнадеживающие результаты. Опыт применения этой смолы показал, что количество примесей в сырце значительно уменьшилось.

Авторы обнаружили, что лучший эффект очистки получается для водно-спиртовых растворов крепостью 40—50% об., как это видно из рис. IX-1.

С 1958 г. УкрНИИСПом проводятся исследования очистки

спирта, полученного при переработке мелассы, от примесей путем обработки его ионообменными смолами [12, 13, 14, 15, 16].

Авторы исследований высказали предположение, что пониженные дегустационные показатели качества спирта, выработанного из мелассы, вызываются присутствием в спирте промежуточных примесей и в первую очередь этиловых эфиров пропионовой, масляной и валериановой кислот.

При введении щелочи на верхние тарелки ректификационной колонны для их омыления образуются соли жирных кислот. Эти соли попадают в ректификат. При разбавлении спирта водой они, по мнению авторов исследований, придают ему горький вкус и неприятный запах.

Для удаления содержащихся в спирте эфиров и жирных кислот предложено обрабатывать его с помощью катионита Ку-2 и анионитов ЭДЭ-10П и АН-Ф.

Для исследования была сооружена полупромышленная установка на Львовском ликеро-водочном заводе.

Технологический режим, разработанный авторами, заключался в следующем. Спирт, подлежащий очистке, последовательно фильтровали через Н-катионит Ку-2, а затем через ОН-анионит АН-2Ф или ЭДЭ-10П. Скорость фильтрации спирта 3,0—3,5 дал/(кг·ч). Для обеспечения регенерационного цикла на 100 дал спирта в ионообменные колонки загружается 55 кг анионита и 40 кг катионита. Размеры цилиндрических колонок: $H=1,5$ м, $d=0,4$ м.

Для непрерывной очистки спирта устанавливается две пары колонок. Пока одна пара работает, вторая проходит регенерацию. Регенерация ионитов проводится путем промывки водой и пропускания через колонку регенерирующих растворов. Через ионит пропускается раствор NaOH, через катионит — раствор HCl. После пропускания регенерирующих растворов колонки промывают деминерализованной водой.

Результаты очистки спирта приведены ниже.

Результаты очистки спирта, полученного при переработке мелассы, на полупромышленной установке

(иониты Ку-2 и АН-2Ф)

	До обработки	После обработки
Крепость, % об.	96,2	96,2
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает	Выдерживает
Проба на окисляемость, мин	30	33
Содержание альдегидов в пересчете на безводный спирт, % об.	0,00025	0,00025
Содержание сивушного масла в пересчете на безводный спирт, % об.	0,0005	0,0005
Кислотность в пересчете на уксусную, мг/л	12,0	6,3
Содержание эфиров в пересчете на уксусноэтиловый, мг/л	29,2	17,3

Наличие жирных кислот при концентрировании примесей в 100 раз		
уксусная	Обнаружена	Обнаружена
пропионовая	Обнаружена	Не обнаружена
масляная	Обнаружена	Не обнаружена
валериановая	Не обнаружена	Не обнаружена
Проба на метиловый спирт	Выдерживает	Выдерживает
Фурфурол	Отсутствует	Отсутствует
Дегустационная оценка, баллы	8,75	9,79

Результаты очистки спирта, полученного при переработке мелассы, на полупромышленной установке (иониты Ку-2 и ЭДЭ-10П)

	До обработки	После обработки
Крепость, % об.	96,2	96,2
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает	Выдерживает
Проба на окисляемость, мин	30	35
Содержание альдегидов в пересчете на безводный спирт, % об.	0,00025	0,00025
Содержание сивушного масла в пересчете на безводный спирт, % об.	0,0005	0,0005
Кислотность в пересчете на уксусную, мг/л	12,0	6,0
Содержание эфиров в пересчете на уксусноэтиловый, мг/л	29,2	16,1
Наличие жирных кислот при концентрировании примесей в 100 раз		
уксусная	Обнаружена	Обнаружена
пропионовая	Обнаружена	Не обнаружена
масляная	Обнаружена	Не обнаружена
валериановая	Обнаружена	Не обнаружена
Проба на метиловый спирт	Выдерживает	Выдерживает
Фурфурол	Отсутствует	Отсутствует
Дегустационная оценка, баллы	8,75	9,79

Приведенные данные говорят о том, что ионитная очистка повышает дегустационные показатели мелассного спирта. Они, по-видимому, подтверждают также предположение авторов о причинах, вызывающих понижение дегустационных показателей мелассного спирта, хотя вопрос этот нуждается в дальнейшей проверке.

При внедрении разработанных методов ионитной очистки в производство встретились значительные трудности, связанные с качеством ионитов и их поведением при длительной эксплуатации. Это потребовало уточнения условий на угли, поставляемые химической промышленностью. Работа в этом направлении ведется УкрНИИСПом.

§ 4. ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА СПИРТА

Термическая обработка спирта с целью улучшения его качества получила некоторое распространение во Франции [8]. Согласно французскому патенту, при подогреве спирта до

130—140°С происходит разложение примесей, ухудшающих качество спирта.

Лаборатория ректификации ЦНИИСПа в течение ряда лет проводила исследование метода термической обработки в лабораторных и производственных условиях.

В 1959—1960 гг. были проведены лабораторные опыты, в которых термической обработке подвергали образцы спирта-ректификата [17] первого сорта и высшей очистки, отклонявшиеся от стандарта по пробе на окисляемость. Эти образцы подвергали перегреву в автоклаве до 100—140°С в течение 5—20 мин, после чего часть спирта в виде паров отбирали. При анализе охлажденного остатка спирта было найдено значительное улучшение пробы на окисляемость (на 10—15 мин). Улучшились также и дегустационные показатели. Была найдена оптимальная температура перегрева 100—110°С при продолжительности 5—10 мин.

В дальнейшем опыты были перенесены в производственные условия [8, 18]. Были созданы две производственные установки для термической обработки спирта: на Мичуринском экспериментальном заводе и на Липецком спиртовом заводе. Установка Мичуринского завода состояла из следующих элементов: подогревателя спирта, подогревателя-выдерживателя, холодильника, сепаратора, расширителя, спиртоловушки и конденсатора.

На данной установке спирт, поступающий со 2-й и 3-й тарелок ректификационной колонны, выдерживали при температуре 90—92°С в течение 5 мин.

Аналогичная установка на Липецком заводе давала возможность работать при более высокой температуре (98—99°С). Следует отметить, что в этом случае температура была значительно ниже рекомендуемой французским патентом (130—140°) и оптимальной температуры обработки, найденной лабораторными опытами, проведенными в ЦНИИСПе (100—110°С).

Можно заключить, что причинами изменения качества спирта при термической обработке на Мичуринской установке могли быть: изменение состава примесей спирта и отгонка части легколетучих продуктов и их удаление из конденсатора.

Возможно, что вторая причина в ряде случаев является основной.

В таблице IX—1 приведены данные анализа спирта до и после термообработки на Липецком заводе.

Рассматривая данные табл. IX—1, можно констатировать улучшение аналитических показателей. Они указывают также на улучшение дегустационных показателей. Сопоставляя аналитические показатели спиртов до и после термообработки и конденсата из сепаратора, можно установить, что значительную роль в этом процессе играет отгонка легколетучих приме-

Результаты термообработки спирта

Проба	Аналитические показатели							
	крепость, % об.	кислоты, мг/л	эфирь, мг/л	альдегиды, % об.	метанол, % об.	свинушное масло, % об.	проба	
							на окисляе- мость, мин	с H ₂ SO ₄

Спирт-ректифика́т I сорта

Спирт до термообработки	95,7	10,8	28,4	0,0004	Выдерживает	0,0004	24	Выдерживает
Спирт после термообработки	95,8	10,8	24,6	0,00025	То же	0,0004	33	То же
Конденсат из сепаратора	95,9	19,4	40,2	0,002	»	0,0005	15	»

Спирт-ректифика́т
(из мелассы)

Спирт до термообработки	96,0	10,8	30,8	0,003	Выдерживает	0,0015	22	Выдерживает
Спирт после термообработки	96,0	9,0	17,6	0,001	То же	0,0015	28	То же
Конденсат из сепаратора	91,1	12,0	31,7	0,05	»	0,003	12	»

Спирт-ректифика́т высшей очистки

Спирт до термообработки	96,2	12,0	30,8	0,0004	Выдерживает	0,0005	33	Выдерживает
Спирт после термообработки	96,2	9,0	19,4	0,00025	То же	0,0005	41	То же
Конденсат из сепаратора	96,4	15,0	35,2	0,001	»	0,0007	24	»

сей. Однако определить долю этого участия не представляется возможным, так как баланс примесей в работе не дан. Весьма вероятно и роль химических процессов, происходящих в спирте во время термообработки.

Чем бы ни вызывалось улучшение показателей, следует признать возможность улучшения качества спирта путем термообработки.

Интересно также проследить за поведением отдельных примесей при термообработке. В рассматриваемой работе [18] авторы провели газохроматографический анализ, результаты которого приведены в табл. IX—2.

Авторы указывают, что вследствие термообработки некоторые примеси (диацетил, X) полностью удаляют из спирта. Интересно отметить, что термообработка весьма мало отражается на содержании метилового спирта.

Результаты газохроматографического анализа примесей

Проба	Примеси, % об.						
	ацеталь-дегид	метил-ацетат	этилацетат	X*	диацетил	метанол	n-пропанол
Спирт до термообработки . .	—	0,0003	0,0007	0,00017	0,00013	0,184	0,0343
Спирт после термообработки	—	0,0002	0,0006	—	—	0,14	0,025
Конденсат из сепаратора . .	0,0004	0,0008	0,0023	0,0009	0,00026	0,17	0,01

* X — присутствующая, но не идентифицированная примесь.

Опыты, проведенные при более высокой температуре на Липецком заводе (98—99°С), в основном дали те же показатели, что и опыты на Мичуринском заводе.

Представляют также большой интерес исследования процесса термообработки, проведенные Ю. Д. Сливой и П. С. Цыганковым [5] в КТИППе. В этих исследованиях химизм процесса термообработки был подвергнут более глубокому изучению¹.

Авторы нашли, что наибольший эффект очистки при термообработке достигается при нагревании жидкой фазы спирта при 120°С в течение 10 мин.

Уменьшение содержания примесей при этом происходит как за счет удаления примесей с паровой фазой, так и за счет химических превращений. При этом термообработка влияет на такие примеси, как акролеин, диацетил, кротоновый альдегид.

Одной из причин улучшения дегустационных качеств после термообработки и основной причиной повышения пробы на окисляемость является, по предположениям авторов, уменьшение содержания акролеина, диацетила и кротонового альдегида. Поэтому заметный эффект термообработка может дать тогда, когда низкое качество спирта объясняется присутствием этих соединений.

Если же низкое качество спирта обуславливается наличием сложных этиловых эфиров масляной, пропионовой или валериановой кислоты, то термообработка не дает существенного улучшения качества спирта.

Авторы нашли, что разведение водно-спиртовой смеси перед термообработкой нецелесообразно.

Было также экспериментально установлено, что при наличии щелочи термообработка может привести к образованию

¹ См. также Ю. Д. Слива, П. С. Цыганков, В. Ф. Суходол. «Известия вузов. Пищевая технология», № 1, 1968.

кртонового альдегида, поэтому термообработке рекомендуется подвергать только спирт, свободный от щелочи.

Интересная работа Ю. Д. Сливы и П. С. Цыганкова положила начало изучению химизма термообработки. Эта работа должна быть продолжена.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гладилин Н. И. Руководство по ректификации спирта. Пищепромиздат, 1952.
2. Климовский Д. Н., Стабников В. Н. Технология спирта. Изд. 3-е. Пищепромиздат, 1960.
3. Фертман Г. И., Покровский А. Л., Вишневская Т. Л. «Спирто-водочная промышленность», 1940, № 3.
4. Грязнов В. П., Ржечицкая Г. В. Труды ЦНИИСПа. Вып. VIII, 1939.
5. Цыганков П. С., Слива Ю. Д. Сб. «Пищевая промышленность», № 6. изд-во «Техника», Киев, 1967.
6. Серпионова Е. Н. Промышленная адсорбция газов и паров. Госхимиздат, 1956.
7. Комаров В. Ф. Динамический метод очистки водно-спиртовых растворов активированным углем и регенерация отработанного угля в фильтрах паром и воздухом. Автореферат диссертации. ВХТИ, 1949.
8. Терновский Н. С., Грязнов В. П. «Спиртовая промышленность», 1960, № 4.
9. Шульман М. С., Бабкова А. Н. Труды ЦНИИСПа. Вып. IX, 1960.
10. Ошмян Г. Л., Игнатова А. В. Труды ЦНИИСПа. Вып. XI, 1961.
11. United state patent office, 2641543. Ion exchanger treatment of alcohol solution.
12. Данилко Г. В., Коробенкова А. И. Труды УкрНИИСПа. Вып. VII, 1960.
13. Данилко Г. В. Очистка этилового спирта нонообменными смолами. Автореферат диссертаций. КТИПП, 1965.
14. Данилко Г. В., Егоров А. С. Труды УкрНИИСПа. Вып. IX, 1964.
15. Данилко Г. В., Егоров А. С., Даниляк Н. И., Каминский Р. С. «Харчова промисловість», 1964, № 1.
16. Данилко Г. В., Егоров А. С., Даниляк Н. И., Каминский Р. С. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 2.
17. Грязнов В. П., Богданов Ю. П. Труды ЦНИИСПа. Вып. XII, 1962.
18. Терновский Н. С., Грязнов В. П. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1965, № 2.

РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ

Спирт-сырец, полученный при перегонке бражки на браго-перегонных аппаратах, не является еще чистым этиловым спиртом. В табл. X—1 приводятся данные о среднем составе спирта-сырца [1].

Таблица X-1

Состав спирта-сырца различного происхождения

Происхождение сырца	Кре- пость, % об.	Кислоты (на уксу- сную)	Эфиры (на укусно- этиловый)	Альдегиды, % об.	Сивушное масло, % мас.	Проба Ланга, сек
		г/л безводного спирта		на безводный спирт		
Зерно-картофельный (средних качеств)	88—89	13,5—25	280—350	0,004—0,008	0,32—0,43	90
Смешанные зерно- мелассные и мел- лассные выше среднего качества (I гр.)	87—88	25—30	350—500	0,008—0,012	0,32—0,43	90—210
Мелассные среднего качества (II гр.)	86—87	30—40	500—700	0,012—0,048	0,32—0,48	15—90
Мелассные ниже среднего качества (III гр.)	84—85	40—60 и выше	700—950	0,12—0,25	0,32—0,43	Ниже 15

Спирт-сырец содержит значительное количество примесей, которые должны быть удалены в процессе ректификации для получения стандартного ректифицированного этилового спирта.

Ректификационные аппараты служат для выделения из сырца примесей, причем в достаточно концентрированном виде, чтобы с ними не терялся этиловый спирт.

Аппараты для ректификации спирта могут быть разделены на две группы; аппараты периодического действия (кубовые) и аппараты непрерывного действия.

Кубовые ректификационные аппараты с колоннами были предшественниками ректификационных аппаратов непрерывного действия. После появления аппаратов непрерывного действия начался процесс вытеснения их из производства этим, более прогрессивным типом аппарата, который, однако, не закончен и до настоящего времени. В промышленности Советского Союза работает сейчас значительное количество аппаратов периодического действия.

Исследованиями, проведенными во ВНИИСПе, значительно усовершенствован процесс ректификации на периодически действующих кубовых аппаратах, что позволило повысить их эффективность [2].

§ 1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

Процесс периодической ректификации имеет некоторые особенности, на которых необходимо предварительно остановиться. Простейший периодически действующий перегонный аппарат — это кубовый аппарат без колонны и дефлегматора. Перегонка в таком кубе не дает возможности получить дистиллят с высоким содержанием спирта. Для того чтобы получить высокие концентрации спирта в дистилляте, куб снабжают многотарелочной колонной и дефлегматором.

В случае перегонки бинарной смеси, не содержащей примесей, работа такого ректификационного аппарата преследует цель — получить дистиллят с высоким содержанием нижекипящего компонента.

В этом случае возможны несколько вариантов работы. Так, если желают в течение всей сгонки получать дистиллят постоянной крепости, то необходимо непрерывно увеличивать флегмовое число, чтобы компенсировать влияние уменьшающейся концентрации этилового спирта в кубе [3].

Схема такого процесса изображена на рис. X—I. На этом графике показан ход процесса перегонки, при котором крепость дистиллята x_D остается постоянной в течение всей сгонки, но по мере уменьшения содержания спирта в жидкости, находящейся в кубе (в навалке), увеличивается флегмовое число. Следует иметь в виду, что построение сделано для $v_{\text{мин}}$. Так как $v = f/D$, где f — количество флегмы, а D — количество дистиллята, то можно увеличить v тремя способами: 1) увеличивая f , 2) уменьшая D , 3) увеличивая f и одновременно уменьшая D . Первый случай практически мало применим, так как требует весьма большой резервной поверхности дефлегматора, второй и третий ведут к понижению производительности аппарата по мере сгонки.

Рассмотрим метод нахождения среднего флегмового числа за все время перегонки с меняющимся флегмовым числом.

На рис. X—1 приведено построение рабочих линий для ряда последовательных моментов перегонки. Все эти точки выходят из точки L на диагонали графика, лежащей на перпендикуляре, восстановленном из точки x_D на оси абсцисс.

Измеряя для каждой из этих линий отрезок B на оси ординат, можно определить для каждой из них v . Очевидно, что $v=f(x)$, где x — переменное содержание н.к. в кубе. За некоторый бесконечно малый промежуток времени, за который отгоняется бесконечное малое количество дистиллята dD , отбирается флегмы $df=vdD$.

Здесь $v=f(x)=f(D)$, т. е. v изменяется по мере уменьшения содержания н.к. в кубе и возрастания количества дистиллята.

Проинтегрируем написанное выше уравнение в пределах от 0 до f_1 (левая часть уравнения) и от 0 до D_1 (правая часть уравнения). Здесь f_1 — общее количество флегмы за весь период сгонки, а D_1 — количество дистиллята за тот же период. Мы получим:

$$\int_0^{f_1} df = \int_0^{D_1} v dD.$$

Отсюда

$$f_1 = \int_0^{D_1} f(D) dD.$$

В этом уравнении в правой части написан интеграл, который может быть определен графическим интегрированием (рис. X—2).

На горизонтальной оси отложено значение D_1 , которое на каждый данный момент может быть найдено из уравнения:

$$Da_D + a_R(M - D) = Ma_M.$$

В этом уравнении D — количество дистиллята, отобранное на данный момент, кг; M — количество навалки, кг; a_D , a_R , a_M — содержание н.к. в дистилляте, остатке в кубе и в первоначальной навалке, % мас.

Задаваясь величиной a_R , мы можем найти по графику рис. (X—1) величину v , а по уравнению, написанному выше, —

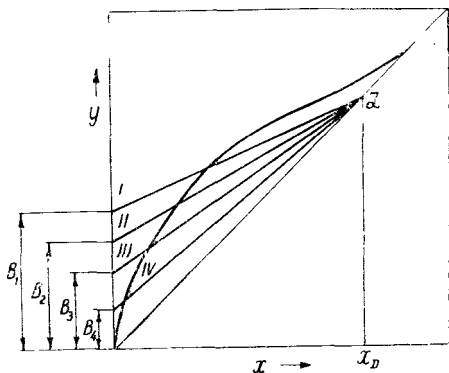


Рис. X-1. Процесс перегонки при постоянном x_D .

величину D . Эти значения v и D дадут нам точку на рис. X—2. Построив ряд точек, проведем кривую, изображенную на рис. X—2. Средняя высота заштрихованной фигуры будет $v_{\text{ср}}$ за все время перегонки. Все количество флегмы $f_1 = v_{\text{ср}} D_1$.

На рис. X—3 показан другой возможный случай, когда v остается постоянной величиной в процессе перегонки. В этом

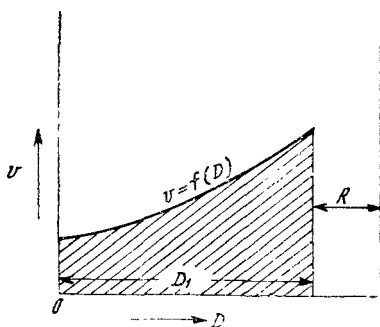


Рис. X-2. Определение среднего значения v для периодически действующего ректификационного аппарата.

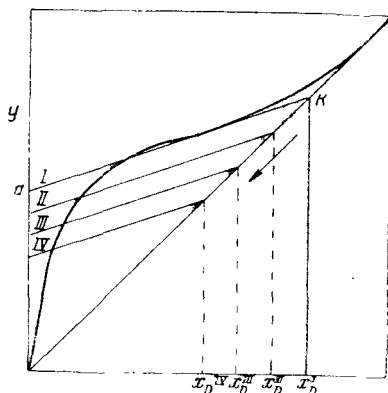


Рис. X-3. Изображение процесса перегонки при постоянном флегмовом числе v .

случае по мере уменьшения в навалке спирта происходит уменьшение содержания спирта и в дистилляте. Рабочая линия скользит вниз, оставаясь параллельной своему первоначальному положению.

В этом случае только первые порции дистиллята будут иметь крепость, равную x_D . Практически сгонка идет при комбинированном использовании того и другого варианта. Рис. X—3 позволяет сделать еще один интересный вывод, связанный со своеобразным (седлообразным) видом кривой равновесных концентраций бинарной смеси этиловый спирт—вода. Основным условием возможности перегонки является то, что рабочая линия проходит ниже кривой равновесия. Вследствие седлообразного выгиба это не всегда возможно и рабочая линия Ka не будет отвечать реальному случаю перегонки. Таким образом, минимальное флегмовое число для перегонки водно-спиртовых растворов можно получить, проводя внутреннюю касательную из точки K к кривой равновесных концентраций. Киров [4], который обратил внимание на это обстоятельство, нашел следующие минимальные значения флегмового числа при различных крепостях дистиллята (табл. X—2).

Таблица X-2

Минимальное значение флегмового числа

Флегмовое число	Крепость дистиллята, %		
	объемные	массовые	молярные
2,0	95	92,46	82,77
2,2	96	93,89	85,74
∞	97,2	95,57	89,41

Таким образом, при стандартной крепости ректификата минимум начального флегмового числа будет 2,2. При дальнейшем увеличении крепости дистиллята флегмовое число быстро возрастает, а следовательно, возрастает и расход тепла на перегонку.

Это указывает на то, что при ректификации не следует стремиться к получению предельно высоких крепостей дистиллята.

Рассмотренные нами явления при проведении ректификации на практике осложняются наличием примесей, которые движутся в колонне одновременно с водой и этиловым спиртом.

В колонне идет сложный нестационарный процесс. Основой его является описанная выше перегонка бинарной смеси вода — этиловый спирт. На тарелках колонны при заполнении их флегмой устанавливается некоторая концентрация спирта, которая непрерывно изменяется по мере хода сгонки. При этом, разумеется, наибольшая концентрация этилового спирта будет на верхних тарелках колонны. Параллельно с этим процессом идет выделение примесей различного характера, которые ведут себя различно в зависимости от величины коэффициентов их испарения и ректификации.

Головные примеси в начале перегонки образуют основную массу паров, которые поднимаются в колонне, так как коэффициент их испарения больше единицы при всех крепостях этилового спирта на тарелках. Вследствие большой летучести эти примеси выделяются в первый период перегонки. Что касается хвостовых примесей, то они поднимаются в колонне, но будут задерживаться жидкостью на тарелках с высокой концентрацией спирта. До тех пор, пока крепость велика, примеси этого рода не смогут подниматься в верхнюю часть колонны. Но по мере хода сгонки, когда крепость на тарелках будет падать, хвостовые примеси будут подниматься на верхние тарелки и в дефлегматор. До наступления этого момента в фонарь поступает спирт, не содержащий хвостовых примесей и освобожденный ранее от головных примесей. Это будет наиболее чистый продукт, который должен отвечать требованиям стандарта.

§ 2. АППАРАТ ДЛЯ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ РЕКТИФИКАЦИИ

Аппарат этого типа (рис. X—4) состоит из куба 1 с трубчатыми нагревательными элементами, ректификационной колонны 2, дефлегматора 3, холодильника 4 и сортировочного фонаря 5. Навалка в кубе нагревается паром, поступающим в на-

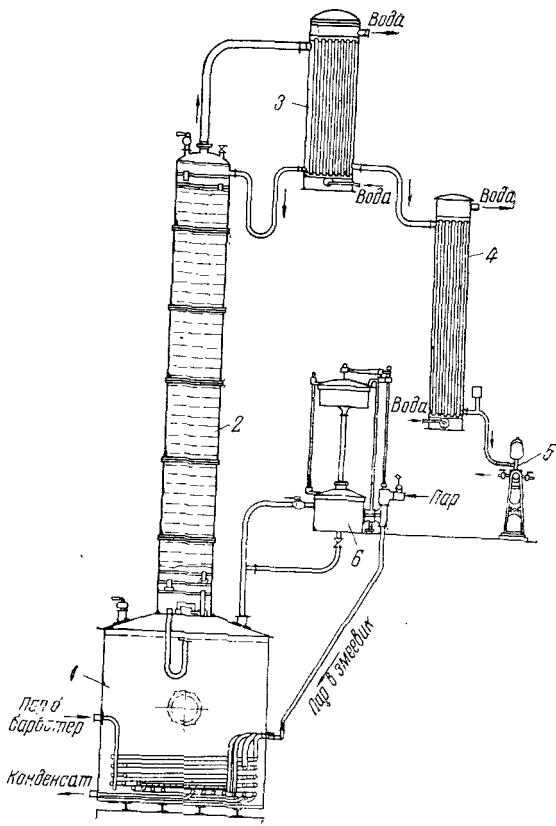


Рис. X-4. Ректификационный аппарат периодического действия:

1 — куб аппарата, 2 — ректификационная колонна, 3 — дефлегматор, 4 — холодильник, 5 — сортировочный фонарь, 6 — паровой манометрический регулятор.

гревательный элемент. Подача пара регулируется манометрическим регулятором 6. Кроме того, куб снабжен барботером для ввода в навалку открытого пара. При работе по единому методу установка оснащается дополнительным оборудованием, о котором будет сказано в дальнейшем. Ректификационная колонна аппарата имеет ситчатые или колпачковые тарелки. Чис-

ло их колеблется от 36 до 60. Дефлегматоры ректификационных аппаратов конструировались ранее как вертикальные кожухотрубные теплообменники. В современных аппаратах устанавливаются горизонтальные дефлегматоры. Нагревательные элементы конструируются из пучка U-образных труб, вставленных в куб.

§ 3. МЕТОДЫ РЕКТИФИКАЦИИ НА ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩЕМ АППАРАТЕ [2]

В процессе развития методов очистки спирта были предложены различные способы ведения ректификации на периодически действующих кубовых аппаратах. Многие из них в настоящее время утратили практическое значение. К таким методам относится метод одинарных слабых и одинарных крепких навалок. Первый из них, исторически один из самых ранних, предусматривал разбавление сырца водой до крепости 40—45% об. и фильтрацию его через древесный уголь. Эта операция преследовала цель облегчить выделение примесей. Не приходится говорить, что такая операция с точки зрения экономики нецелесообразна. При использовании метода крепких навалок не прибегают к предварительному разбавлению сырца и фильтрации через уголь, так как опыт показал, что современные ректификационные колонны хорошо справляются с выделением примесей и без разбавления сырца водой. Как при том, так и при другом способе работы рабочий цикл аппарата состоит из следующих операций: наполнения куба, нагревания навалки до кипения, сгонки, опораживания аппарата и его очистки.

Так как цикл включает только одно наполнение, то оба метода носят название одинарных, в отличие от метода сложных навалок, при котором в цикл включается несколько последовательных навалок сырца.

Оба метода навалок в настоящее время не применяются, так как они технически устарели и экономически невыгодны.

Однако для лучшего понимания современных методов ректификации необходимо ознакомиться с методом одинарных крепких навалок, из которого развились современные способы.

Метод одинарных крепких навалок

После того как навалка, спускаемая в куб, покрывает паровой барботер и змеевик, через них начинают подавать греющий пар. Вследствие энергичного перемешивания открытым паром нагревание навалки идет интенсивно, и через полчаса — час после ее спуска колонна аппарата начинает нагреваться. Еще до нагрева колонны дефлегматор и холодильник наполняют водой, но краны для холодной воды остаются закрытыми до по-

ступления паров в дефлегматор. Сгонка начинается концентрированием головных примесей, что достигается при помощи операции, называемой замедленной сгонкой, или задержкой.

Эта операция заключается в том, что при нормальном впуске пара в куб на дефлегматор подают такое количество охлаждающей воды, при котором все (или почти все) пары возвращаются в колонну в виде флегмы. Очевидно, в этот момент колонна работает с флегмовым числом, равным бесконечности ($v = \infty$, так как $D = 0$). Такая задержка выдачи продукта приводит к тому, что головные примеси заполняют колонну и концентрируются на ее верхних тарелках. Кроме того, задержка увеличивает концентрацию спирта на тарелках колонны, в результате чего создается препятствие к поднятию хвостовых примесей к верху колонны. Задержка спирта продолжается от 1,5 до 3 ч в зависимости от качества спирта. При этом большое значение имеет температура, с которой погон поступает обратно в колонну. Рекомендуется не охлаждать погон ниже 50—65° С, так как охлажденный погон нарушит работу колонны, сконденсировав значительное количество паров в колонне и понизив в ней давление. При переохлажденном погоне требуется много времени для нагрева его до температуры кипения, только после чего пары головных продуктов пойдут на холодильник. К концу этого периода, когда почти все головные примеси удалены из куба, подача воды из дефлегматора уменьшается, вместе с тем уменьшается и флегмовое число; на фонарь быстро начинает поступать эфирно-альдегидная фракция. Эта операция получила название выбрасывания. Работа с флегмовым числом, равным бесконечности, в самом начале сгонки имеет еще и другое значение: укрепляющий эффект тарелок при этих условиях максимален, благодаря чему они работают с наибольшим эффектом.

Однако по мере сгонки содержание спирта в кубе уменьшается; для того чтобы не уменьшалась крепость ректификата, флегмовое число увеличивают путем большей подачи воды на дефлегматор или уменьшения подачи пара в аппарат. Поэтому к концу отбора первого сорта производительность снижается до 70—60% от максимальной.

Когда анализ и органолептические испытания покажут, что в дистилляте появились хвостовые продукты, переходят на отбор второго концевого сорта. При отборе этого сорта происходит дальнейшее уменьшение крепости жидкости в кубе, что приводит к понижению крепости дистиллята. При сгонке второго концевого сорта крепость дистиллята понижается до 85%, а при отборе третьего сорта — до 80% об. Когда температура кипения в кубе станет равной 101—103° С, в фонарь начинает поступать фракция, содержащая сивушное масло; эту фракцию

направляют в сивухопромыватель. Сгонку заканчивают, когда крепость дистиллята в фонаре составит 2% об. В этот момент содержание спирта в кубе практически равно нулю.

По окончании сгонки прекращают доступ пара в куб и спускают из куба оставшуюся жидкость. Регулировка работы аппарата сводится к изменению количества пара, подаваемого в куб, и воды, подаваемой на дефлегматор. Количество пара практически остается постоянным во все время сгонки. Поэтому основной задачей является изменение подачи воды на дефлегматор или, что то же, изменение флегмового числа.

Принцип метода сложных крепких навалок

Этот метод представляет собой дальнейшее развитие метода крепких одинарных навалок. Он заключается в том, что после удаления приблизительно 85—90% спирта от содержания его в навалке сгонку останавливают на короткий период, куб вновь наполняют сырцом и начинают ректификацию обычным способом.

Таким образом куб можно наполнять несколько раз, пока поступающий спирт не будет слишком разбавляться остатками от предыдущей сгонки и содержание сивушного масла в кубе не станет слишком высоким.

Так, при шести наполнениях последняя навалка имела бы крепость около 60% об. Содержание сивушного масла в шестой навалке было бы около 3% об. вместо 0,4%, как в первой. Поэтому практически при работе по методу сложных крепких навалок применяют не более трех навалок.

Метод сложных крепких навалок более экономичен в отношении расхода тепла, чем метод простых навалок. Он увеличивает выход I сорта и позволяет получить сивушное масло стандартного качества.

К. А. Калунянец [5] указал еще на одно существенное преимущество крепких навалок. Исследуя образование в процессе ректификации эфиров, он установил, что на этот процесс оказывает существенное влияние крепость спирто-водной смеси. В опытах К. А. Калунянца перегонке подвергали водно-спиртовые смеси крепостью 9,9; 49,8 и 88,1% об. Исследования показали, что при перегонке водно-спиртовой смеси крепостью 88,1% об. потеря кислот (идущих на образование эфиров) почти в 2,5 раза меньше, чем при перегонке смеси, содержащей 9,9% об. спирта. Это свидетельствует о том, что для устранения образования новых эфиров в процессе периодической ректификации следует предпочитать метод крепких навалок [5].

Эффективность метода сложных крепких навалок еще более повышается при комбинировании его с особым приемом переработки II и III сортов на ходу аппарата, путем ввода их в колонну.

Метод переработки II и III сортов

Ранее при переработке методом одинарных навалок II и III сорта собирали отдельно. Вторые сорта сгоняли с сырцом, а третьи утилизировали для денатурации спирта или перегоняли отдельно от сырца, что требовало установки отдельного аппарата для их переработки, увеличивало расход топлива и т. п. Значительно более эффективным оказалось предложение вводить низшие сорта, не смешивая их, в колонну в определенные моменты ее работы. Например, в начале перегонки, когда колонна заполнена головными продуктами, на верхнюю тарелку колонны подают III начальный сорт. Этот сорт, сливаясь по тарелкам, выделяет содержащиеся в нем головные продукты. На время его спуска для большего укрепления головных продуктов проводится задержка. Концевые сорта при этом методе работы вводят непосредственно в куб за несколько часов до конца отбора I сорта.

Применение метода сложных крепких навалок на практике

Метод сложных крепких навалок применяется на практике в различных более или менее отличающихся один от другого вариантах. Приводим описание одного из них.

Спирт-сырец и II начальный сорт, полученный от предыдущей сгонки, из напорного навалочного резервуара подают на зубчатую распределительную тарелку, расположенную в кубе. Одновременно через барботер подают открытый пар. Спуск навалки продолжается 40—50 мин. Когда колонна будет наполнена на $\frac{2}{3}$ ее высоты, пускают воду на дефлегматор в таком количестве, чтобы имела место задержка ($v = \infty$). Когда навалка покроет змеевики, в них пускают пар, а барботер по заполнении куба наполовину выключают. Начальный III сорт вводят в колонну после установления в ней нормального рабочего давления (1,75—2,5 м вод. ст.). Он поступает на верхнюю тарелку колонны. В момент спуска III сорта удерживают значение флегмового числа равным бесконечности. Задержка продолжается и по окончании спуска (15 мин). Колонна заполняется головными продуктами, после чего, уменьшая флегмовое число, начинают выдавать их на фонарь. Одновременно с появлением дистиллята в фонаре на верхнюю тарелку колонны начинают подавать водно-спиртовой раствор каустиче-

ской соды для химической очистки сырца. Эфиро-альдегидную фракцию отбирают в количестве 1—1,5% (по объему навалки) при переработке зерно-картофельного сырца и 2—2,5% при переработке мелассного.

Момент окончания отбора устанавливают по цвету дистиллята, который к концу отбора фракции становится бесцветным.

После этого отбирают III и II начальные сорта, которые собирают отдельно, затем приступают к отбору I сорта.

Конец отбора I сорта ректификата устанавливают в зависимости от емкости куба и емкости колонны (содержания жидкости на тарелках). Обычно в кубе остается около 8% об. навалки. В дальнейшем проводят вторую навалку. Для этого прекращают обогрев аппарата паром. Давление в аппарате снижают и, если тарелки ситчатые, флегма стекает в куб. По истечении 5 мин в куб через барботер пускают пар, а из напорного чана подают новую навалку. Все дальнейшие операции: спуск III сорта, отбор альдегидов и эфиров и т. д., — проводят в той же последовательности, что и при первой навалке.

При работе на аппаратах с колпачковыми тарелками навалку спускают иногда в колонну (на десятую тарелку сверху) для промывания нижних тарелок, где скапливаются хвостовые продукты.

По окончании отбора спирта I сорта (ректификата) последней навалки приступают к отбору концевых сортов. При этом II и III сорта не разделяют, они поступают в один приемник. Сгонку заканчивают в тот момент, когда в фонаре спиртомер будет показывать нулевое содержание спирта в течение 5 мин. При отборе концевых сортов в известный момент на фонарь поступает сивушное масло, которое направляется через смеситель и пробный фонарь на маслоотделитель. Концевые сорта содержат еще некоторое количество этилового спирта. Для выделения его концевые сорта вводят в куб за несколько часов (4—6) до конца отбора I сорта при последующей сгонке. Рекомендуется концевые сорта вводить только при последней навалке, когда весь спирт будет сгоняться полностью.

Применение метода сложных навалок позволяет увеличить выход I сорта, получить концентрированные фракции головных и хвостовых продуктов с малыми потерями спирта в них. Наряду с этим понижается и расход пара. Так, по данным А. Л. Покровского, если расход пара при одинарной крепкой навалке принять за 100, то при двухсложной навалке он составит 94,2, а при трехсложной — 84,8.

Дальнейшим шагом в развитии методов ректификации на кубовых аппаратах явился единый метод ректификации, разработанный во ВНИИСПе А. Л. Покровским, Г. И. Фертманом, Т. Л. Вишневской, приближающий вследствие непрерывных

наполнений работу кубового аппарата к работе непрерывно действующего аппарата [6].

По этому методу сивушное масло отбирается с нижних тарелок колонны одновременно с отбором I сорта. По окончании сгонки из куба спускают воду и вновь его наполняют. Число таких наполнений может быть произвольно большим. Химическая обработка навалки проводится на тарелках колонны, для чего на верхнюю тарелку вводится водно-спиртовой раствор каустической соды. Для проведения единого метода аппарат должен быть снабжен холодильником сивушных паров, маслоотделителем и баком для раствора каустической соды.

Единый метод ректификации на периодически действующих ректификационных аппаратах

На рис. X—5 показана схема установки, оборудованной для проведения единого метода при работе с колонной, имеющей колпачковые тарелки. Как видно из схемы, в этой установке сивушное масло отбирается из колонны аппарата. Для этого к обычному оборудованию кубовой установки добавляют холодильник сивушных паров, фонарь сивушной жидкости и маслопромыватель. Сырец вводится в куб путем инъекции острым паром.

Инжектор засасывает сырец через конусный распылитель с большим числом отверстий в паровое пространство куба. Это устройство отнюдь не обязательное, и сырец может быть введен в куб обычным способом — на зубчатую распределительную тарелку.

Работа на этой установке отличается от описанного ранее метода сложных крепких навалок тем, что здесь сивушное масло отбирают одновременно с I сортом. Эта операция выполняется следующим образом. Когда при отборе I сорта температура в кубе станет равной 90—94° С, из парового пространства первой от куба тарелки начинают отбирать пары сивушного масла. Они поступают на сепаратор V и следуют в холодильник VI, где, конденсируясь, образуют жидкость крепостью около 70% об. Сивушное масло из фонаря VII направляется в трубчатый смеситель IX, а отсюда — в маслоотделитель VIII. Нижний слой слабоградусной жидкости отводят в куб или сборник концевых сортов. Сивушное масло в маслоотделителе всплывает наверх и отводится в сборник сивушного масла через трубку с краном.

Таким образом, отбор сивушной фракции при проведении перегонки этим методом обеспечивает удаление из колонны основной массы хвостовых примесей. Лишь незначительная часть сивушного масла при этом проникает на верхние тарелки колонны. Сивушное масло последовательно отбирают через ниж-

ний, а затем через средний и верхний краны. Отбор паров прекращают, когда проба покажет содержание масла менее 10% об.

К концу отбора сивушного масла в кубе не должно оставаться спирта. Однако некоторая часть хвостовых продуктов и спирта содержится на тарелках колонны. Поэтому по оконча-

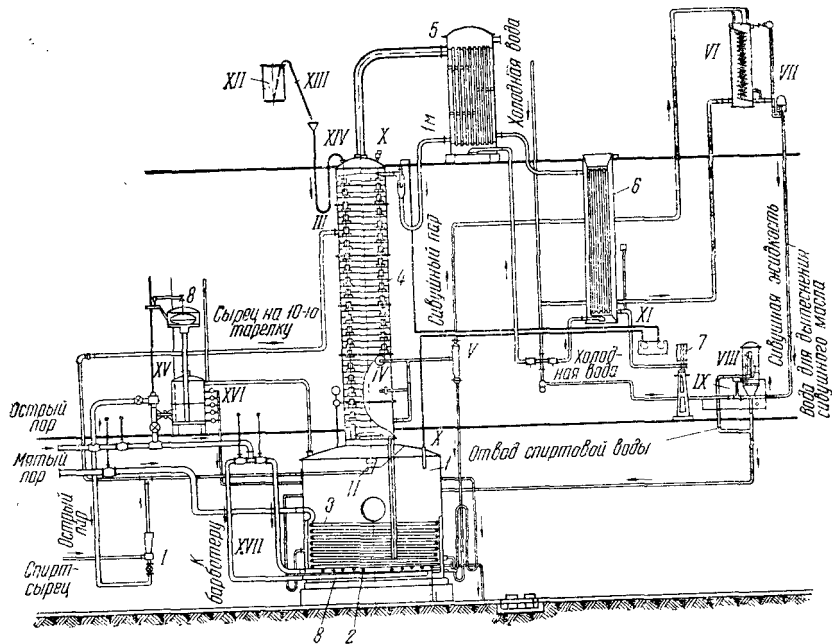


Рис. X-5. Ректификационный аппарат, оборудованный для проведения единого метода ректификации:

1 — куб, 2 — змеевик для острого пара, 3 — змеевик для мягкого пара, 4 — ректификационная колонна, 5 — дефлегматор, 6 — холодильник, 7 — сортировочный фонарь, 8 — барботер; I — паровой инжектор, II — распределитель, III — ввод спирта-сырца, IV — отбор сивушного масла паром, V — сепаратор, VI — холодильник для сивушных паров, VII — фонарь сивушной жидкости, VIII — маслоотделитель, IX — смеситель, X — масляная ванна для термометров, XI — дистанционный термометр, XII — бак для раствора каустической соды, XIII — зажим, XIV — ввод раствора каустической соды в паровое пространство верхней тарелки колонны, XV — паровой регулятор, XVI — краны для регулирования высоты давления в аппарате, XVII — трубопровод пара к барботеру.

нии отбора сивушного масла через кран, по которому оно стекает с первой тарелки, проверяют крепость спиртовой жидкости. Если показания спиртомера не более 2%, то это говорит о том, что в кубе не осталось спирта и воду из него можно спускать. Чтобы давление в колонне в это время не упало, в куб через барботер впускают острый пар, затем из куба спускают воду и приступают к навалке сырца и начального II сорта предыдущей сгонки. При колпачковых тарелках наполнение прово-

дят через десятую сверху тарелку, при ситчатых — через распылитель или тарелку с зубцами, установленные в кубе. Содержащийся в колонне спирт с остатками хвостовых примесей может быть отобран в качестве II и III концевых сортов, направляемых в общий сборник. Эти сорта перерабатывают при следующей сгонке, вводя их в куб за 4—6 ч до окончания отбора I сорта.

При проведении ректификации по единому методу химическая обработка сырца ведется водно-спиртовым раствором каустической соды, подаваемым на верхнюю тарелку колонны; свищенное масло отделяется при помощи специального прибора — маслоотделителя.

§ 4. ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ МЕЛАССНОГО И СВЕКЛОВИЧНОГО СПИРТА-СЫРЦА НА ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩИХ АППАРАТАХ

При переработке на аппаратах периодического действия мелассного сырца встречаются некоторые затруднения, связанные с повышенным содержанием в сырце альдегидов, кислот и эфиров.

Опыты ректификации мелассного сырца на кубовых аппаратах проводились на Опытном заводе ВНИИСПа [1] и на Калужском ликеро-водочном заводе [7].

Особенность ректификации мелассных спиртов с повышенным содержанием эфиров и альдегидов состоит в трудности их выделения, вследствие чего некоторые из них, имеющие промежуточный характер, отгоняются в течение всего периода сгонки и, что особенно важно, — в период отбора I сорта [7]. Это хорошо видно из данных табл. X—3, в которой даны результаты анализов на содержание альдегидов, отобранных при ректификации почасовых проб [1].

Для сравнения приведено содержание альдегидов в пробах, отобранных при ректификации зерно-картофельного спирта-сырца, и при четырех опытах ректификации мелассного спирта среднего качества.

Особенности этих опытов заключались в следующем. В первом опыте работа проводилась по способу одинарных крепких навалок с предварительной обработкой спирта каустической содой. Во втором опыте сырец поступал на десятую сверху тарелку с одновременным спуском раствора каустической соды на верхнюю тарелку колонны.

В третьем опыте сырец предварительно был обработан марганцовокислым калием (2 г/дал). Ректификация проводилась по методу одинарной крепкой навалки.

В четвертом опыте, проведенном также по методу крепких навалок, спирт за полчаса до сгонки обрабатывали марганцово-

кислым калием (1 г/дал). Раствор каустической соды подавался на верхнюю тарелку колонны во время сгонки II начального и I сортов.

Сравнивая содержание альдегидов в зерно-картофельном и мелассном спиртах (см. табл. X—3), можно отметить, что выделение альдегидов в мелассных спиртах среднего качества протекает медленно, растягиваясь на продолжительное время.

Таблица X-3

Содержание альдегидов в почасовых пробах
(в % об. на безводный спирт)

Номер проб	Зерно-картофельный спирт	Мелассный спирт среднего качества			
		опыт 1	опыт 2	опыт 3	опыт 4
1	0,7	1,50	1,60	3,50	1,60
2	0,5	1,00	1,92	2,80	0,72
3	0,2	0,48	1,44	1,96	0,64
4	0,03	0,31	0,72	1,08	0,16
5	0,016	0,187	0,40	1,08	0,15
6	0,015	0,155	0,40	0,96	0,12
7	0,012	0,140	0,35	0,72	0,12
8	0,01	0,124	0,32	0,72	0,12
9	0,005	0,104	0,24	0,64	0,12
10	0,004	0,083	0,20	0,30	0,08
11	0,0035	0,083	0,18	0,18	0,08
12	0,002	0,083	0,16	0,16	0,07
13	0,001	0,041	0,10	0,16	0,04
14	0,001	0,081	0,07	0,16	0,03
15	0,00075	0,0124	0,08	0,12	0,03
16	0,0005	0,0114	0,06	0,06	0,015
17	0,0005	0,00114	0,05	0,06	0,015
18	0,0005	0,0065	0,06	0,03	0,015
19	Следы	0,0035	0,04	0,03	0,01
20	Следы	0,003	0,025	0,03	0,01
21	Нет	0,002	0,015	0,02	0,01
22	Следы	0,0015	0,01	0,02	0,008
23	Следы	0,002	0,0035	0,01	0,007
24	0,0005	0,002	0,0015	0,006	0,004
25	—	0,002	0,0015	0,003	0,001
26	—	0,001	0,001	0,002	0,001
27	—	—	0,001	0,0024	0,001
28	—	—	0,0015	0,0025	0,0015
29	—	—	0,0015	0,0025	0,0005
30	—	—	0,001	0,002	0,00075
31	—	—	0,001	0,002	0,00075
32	—	—	0,002	0,0015	0,0005

Перевод на I сорт мог быть сделан только на 19—25-м часу сгонки, тогда как для зерно-картофельного сырца уже на 12-м часу содержание альдегидов составляло 0,002% об. Но и после

перевода на I сорт наблюдается только небольшое снижение содержания альдегидов в пробах.

Сравнение результатов опытов, т. е. качества ректификата, выход его и производительность аппарата дали авторам исследования [1] возможность утверждать, что наиболее целесообразным методом ректификации мелассного спирта среднего качества является комбинированный метод, при котором за время начала сгонки начальных и первого сортов пропускается раствор каустической соды на верхнюю тарелку колонны, а сырец подается на 10-ю тарелку.

Авторы отмечают также опасность применения избыточного количества марганцовокислого калия при предварительной химической обработке сырца. В частности этим они объясняют обилие альдегидов в третьем опыте. По-видимому, избыток окислителя повлек за собой образование альдегидов за счет окисления спирта.

Обратимся теперь к работе [7], проведенной на Калужском ликеро-водочном заводе. При переработке мелассного спирта среднего (табл. X—4) качества с содержанием альдегидов 0,12% об., кислот 80 мг/л и эфиров 320 мг/л авторы предложили аналогичный метод, который сводился к следующему. Аппарат прогревали открытым паром через барботер до установления необходимого давления, после чего в колонну через 5-ю или 10-ю (сверху) тарелку вводили сырец. Скорость подачи сырца составляла 1,2—1,3 скорости отбора I сорта. При этих условиях сырец, стекая по тарелкам колонны, полностью освобождался от альдегидов, прежде чем он поступал в куб.

Отбор эфиров и III начального сорта вели с момента начала загрузки аппарата со скоростью, равной $\frac{1}{10}$ скорости отбора I сорта. Когда жидкость в кубе перекрывала змеевик, барботер отключали и обогрев вели глухим паром. По окончании загрузки аппарата отбор головных и промежуточных сортов продолжали еще 40—60 мин, после чего переходили на отбор II начального сорта. Данные опыта приведены в табл. X—4.

Таблица X-4

Показатели режима ректификации

Время от начала сгонки, ч	Продукт	Отбор	
		дал безводного спирта	% об. от навалки
20	Э. а. ф. и III начальный сорт	201	9,0
22,5	II начальный сорт	168	2,5
42	Спирт I сорта	2700	83,0
44,5	Концевые сорта и потери	91	2,8

Следует отметить, что спирт-сырец предварительно обрабатывали каустической содой и марганцовокислым калием. Половину от рассчитанного количества щелочи задавали на верхнюю тарелку колонны в виде 10%-ного раствора. Однако авторы указывают, что обработка окислителем не обязательна.

В результате примененного способа обработки был получен ректификат, удовлетворяющий требованиям стандарта.

Авторы справедливо отмечают, что примененный ими метод является ни чем иным, как эюрация, проводимой по тому же способу, что и в непрерывно действующих аппаратах.

Представляет также интерес ректификация на периодически действующих аппаратах спирта-сырца, полученного при переработке свеклы или свеклы с картофелем и зерном. Этот сырец содержит значительное количество метанола, трудно выделяемого на периодически действующих аппаратах.

Приводим состав сырца в зависимости от соотношения в сырье свеклы, зерна и картофеля (табл. X—5) [8].

Таблица X-5

Характеристика спирта-сырца, полученного из свеклы

Показатели спирта-сырца	Состав сырца, %					
	картофель	20	—	50	—	—
	свекла	—	50	50	80	99
	зерно	80	50	—	20	1
Крепость, % об.	90,7	93,2	88,8	89,5	88,3	
Кислоты, мг/л	18,0	9,8	—	52,0	81,0	
Эфиры, мг/л	220	160,6	440	271,0	260,0	
Альдегиды, % об.	0,008	0,002	0,02	0,02	0,0065	
Метанол, % об.	0,13	0,22	0,26	0,28	0,3	
Сивушное масло, % об. . .	0,45	0,5	0,5	1,0	1,5	

В данных табл. X—5 обращает на себя внимание повышенное содержание в сырце сивушного масла и метанола.

Как показал производственный опыт, выделение сивушного масла на периодически действующих аппаратах не представляет затруднений. Выделение же метанола, содержащегося в количестве до 1,5% об., затрудняет ректификацию и не позволяет получить стандартный ректификат.

ВНИИСПом [8] для этого случая был разработан режим ректификации, позволяющий получить выход ректифицированного спирта 93—94%. Режим этот, как и в случае переработки мелассного спирта-сырца с большим содержанием альдегидов, основан на пропуске навалки через колонну. В данном случае через колонну пропускается II начальный сорт. Сгонка проводится в следующем порядке. Спирт-сырец загружается в куб без разбавления. После нагрева аппарата и появления спирта

в фонаре проводится часовая задержка. С начала задержки II начальный сорт подается на 10-ю (сверху) тарелку. По окончании ее отбирают э. а. ф. в объеме 3—5% от навалки.

Перед переходом на отбор II начального сорта в куб задается раствор щелочи.

II начальный сорт отбирают в объеме 6—7% от навалки, если в исходном сырце содержится 0,13—0,18% об. метанола. Если же содержание метанола выше (0,2—0,3%), то II начальный сорт отбирают в количестве 14—20%.

Перевод на отбор I сорта определяется по пробе на альдегиды и метанол.

§ 5. ТЕПЛОВОЙ РАСЧЕТ КУБОВОГО АППАРАТА

Работа кубового аппарата по методу непрерывных наполнений складывается из многократно повторяющихся циклов, в каждом из которых выполняются одни и те же операции. Поэтому для составления материального и теплового баланса следует взять один из циклов и провести для него все расчеты.

В течение каждого цикла в аппарат поступают спирт-сырец и оборотные сорта спирта, т. е. те фракции, которые были отобраны в предыдущем цикле. К этим оборотным сортам относятся головные и концевые фракции. В течение каждого цикла из аппарата отбирается I сорт, оборотные сорта (головные и концевые), фракции эфиров и альдегидов и сивушное масло.

На основании данных практики можно составить типовой материальный баланс кубового аппарата по безводному спирту.

Пример 9

Примерный материальный баланс, % об.

Расход	Приход
1. Уходит со спиртом I сорта 92	1. Приходит со спиртом-сырцом 95
2. Уходит с э. а. ф. 2	2. Приходит с оборотными сортами 5
3. Уходит с сивушным маслом 0,4	
4. Уходит с оборотными сортами 5	<hr/>
5. Потери 0,6	Итого 100
<hr/>	
100	

Если задаться на основании данных практики крепостью продуктов, то можно составить материальный и тепловой балансы для аппарата определенной производительности. Данные о крепости продуктов приведены в табл. X—6.

Составление материального и теплового баланса приведено для конкретного случая (пример 10).

Пример 10. Составить материальный и тепловой баланс для кубового аппарата производительностью 1000 дал безводного спирта в сутки. Сырец, поступающий на перегонку, имеет крепость 88% об., или 83,19% мас. Выход продуктов и крепость их принять в соответствии с примером 9 и данными табл. X—6. Греющий пар сухой, насыщенный, давление 1,3 бар.

Крепость продуктов перегонки

Продукты	Крепость		Относительная плотность при 15 °С
	% об.	% мас.	
Спирт-ректификат	95,2	93,18	0,814
Эфиры и альдегиды	92,2	88,64	0,826
Сивушное масло	88,0	88,17	0,841
Оборотные продукты	93,0	89,71	0,824

Материальный баланс. Для составления материального и теплового балансов заключим в «коробку» куб и колонку, как это показано на рис. X—6.

Из безводного спирта, поступающего в куб, 92% уходит в ректификат I сорта. Следовательно, в навалке должно содержаться $\frac{1000 \cdot 100}{92} =$

$= 1087$ дал в сутки безводного спирта.

Из 1087 дал безводного спирта, поступающего с навалкой, 95% содержится в сырце, а 5% приходят с оборотными сортами. Следовательно, сырец содержит $\frac{1087 \cdot 95}{100} = 1032,7$ дал

безводного спирта, а оборотные сорта приносят $1087 - 1032,7 = 54,3$ дал/сутки.

Количество сырца за сутки составит

$$\frac{1032,7}{88} \cdot 100 = 1175 \text{ дал.}$$

или

$$1175 \cdot 10 \cdot 0,8405 = 9900 \text{ кг.}$$

Количество оборотных продуктов за сутки

$$\frac{54,3}{93} \cdot 100 = 58,2 \text{ дал.}$$

или

$$58,2 \cdot 10 \cdot 0,824 = 480 \text{ кг.}$$

Количество безводного спирта в эфирно-альдегидной фракции составляет

$$\frac{2 \cdot 1087}{100} = 21,75 \text{ дал/сутки.}$$

Массовое количество эфиров и альдегидов составляет

$$\frac{21,75 \cdot 10 \cdot 100}{92,2} \cdot 0,826 = 195 \text{ кг/сутки}$$

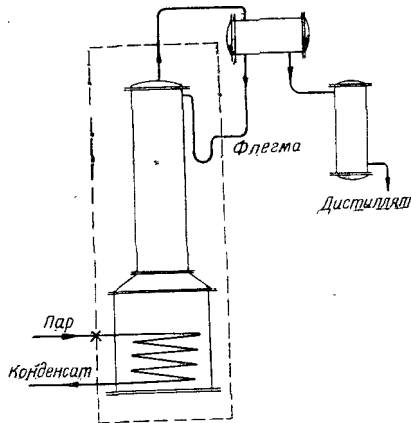


Рис. X-6. Схема к расчету аппарата периодического действия.

Аналогично находим для сивушного масла:
количество алкоголя

$$\frac{0,4 \cdot 1087}{100} = 4,35 \text{ дал/сутки,}$$

или

$$\frac{4,35 \cdot 10 \cdot 100}{88} 0,841 = 41,7 \text{ кг/сутки}$$

Наконец, потери безводного спирта составят

$$\frac{0,6 \cdot 1087}{100} = 6,6 \text{ дал/сутки,}$$

Все расчеты сведены в табл. X—7

Т а б л и ц а X-7

Материальный баланс кубового аппарата
(составлен без учета паров, образующих флегму, флегмы, возвращающейся в колонну, греющего пара и его конденсата)

Продукт	Массовое количество продуктов, кг/сутки	Объемное количество алкоголя в нем, дал/сутки
Приход		
Сырец	9900	1032,7
Оборотные продукты	480	54,3
Всего . . .	10 380	1087,0
Расход		
Спирт I сорта	8875	1000
Эфиры и альдегиды	195	21,75
Оборотные продукты	480	54,3
Сивушное масло	41,7	4,35
Потери	—	6,6
Вода (по разнице)	788,3	—
Всего . . .	10 380	1087,0

На основании материального баланса (табл. X—7) составляется тепловой баланс аппарата. При составлении его требуется знать флегмовое число, при котором работает аппарат. Как известно, флегмовое число периодически действующего аппарата является величиной переменной. Поэтому для расчета необходимо взять среднее флегмовое число за все время одного цикла. Оно будет изменяться в широких пределах, в зависимости от числа тарелок в аппарате и крепости ректификата. Для современного аппарата, колонна которого имеет не менее 46 тарелок, при получении стандартного спирта можно принять среднее флегмовое число равным 2,7. В этом случае в приходную часть материального баланса нужно включить жидкую флегму

в количестве vD , где D — количество продуктов, отбираемых за сутки, равное сумме всех фракций, отбираемых через холодильник, т. е.

$$D = 8875 + 195 + 480 = 9550 \text{ кг/сутки,}$$

откуда

$$vD = 2,7 \cdot 9550 = 25\,000 \text{ кг/сутки}$$

Такое же массовое количество паров, образующих флегму, должно быть показано в расходной части материального баланса. Крепость флегмы принимаем равной крепости I сорта.

В таблице материального баланса не показаны также греющий пар и его конденсат. Часть греющего пара будет поступать через барботер. Открытый

Т а б л и ц а X-8

Тепловой баланс кубового аппарата

Продукты	$c, \text{ ккал/(кг}\cdot\text{град)}$	$t, \text{ }^\circ\text{C}$	$i, \text{ ккал/кг (для паров)}$	Расчет	Итого, ккал/сутки
Приход					
Сырец	0,9	10	—	$9900 \cdot 0,9 \cdot 10$	89 100
Оборотные продукты . . .	0,7	20	—	$480 \cdot 0,7 \cdot 20$	6 700
Жидкая флегма	0,87	78,3	—	$2588 \cdot 0,87 \cdot 78,3$	1 760 000
Греющий пар	—	106,56	641,2	$G \cdot 641,2$	$G \cdot 641,2$
Всего	—	—	—	—	$1\,855\,800 + G \cdot 641,2$
Расход					
Спирт I сорта (пары) . . .	—	78,3	342	$8875 \cdot 342$	3 040 000
Оборотные продукты (пары)	0,89	78,6	315	$480 \cdot 315$	151 000
Эфиры и альдегиды (пары)	0,89	78,8	315	$195 \cdot 315$	61 500
Сивушное масло (пары) . . .	0,9	79,3	339	$41,7 \cdot 339$	14 100
Вода	1	101,8*	—	$788,3 \cdot 101,8$	80 000
Пары, образующие флегму	—	78,3	342	$25\,800 \cdot 342$	8 825 000
Конденсат уходящий с кубовой водой	1	101,8	—	$775 \cdot 101,8 \cdot 1$	79 000
вода, уходящая через конденсационный горшок	1	90**	—	$G \cdot 90$	$G \cdot 90$
Всего	—	—	—	—	$12\,250\,600 + G \cdot 90$

* Давление в кубе принято равным 1,1 бар.

** Средняя температура конденсата принята равной 90 °C.

пар подается только в начале наполнения куба навалкой. Примем, что открытым паром нагревается до $\frac{2}{3}$ навалки, т. е. $(9900 + 480) \frac{2}{3} = 7000 \text{ кг/сутки}$. Примем среднюю температуру навалки 10°C . Тогда расход открытого пара будет равен

$$P = \frac{7000 (79,3 - 10)}{(641,2 - 79,3)} \cdot 0,9 = 775 \text{ кг/сутки},$$

где $0,9$ — средняя удельная теплоемкость сырца;
 $i = 641,2 \text{ ккал/кг}$ — теплосодержание греющего пара при $p = 1,3 \text{ бар}$;
 $79,3$ — температура кипения сырца, $^\circ \text{C}$.

Считаем, что в дальнейшем пар через барботер не поступает, а нагрев ведется через нагревательные элементы. Общий расход пара будет найден из теплового баланса (табл. X—8).

Принимаем потери тепла в окружающее пространство равными $2,5\%$ от полезно затраченного тепла.

Тогда

$$(12\,250\,600 - 1\,855\,800) 1,025 = G (641,2 - 90).$$

Отсюда находим суточный расход пара

$$G = \frac{10\,394\,800 \cdot 1,025}{551,2} = 19\,200 \text{ кг/сутки},$$

или $19,2 \text{ кг}$ пара на 1 дал безводного спирта.

Определение основных размеров кубового аппарата

Для определения основных размеров куба периодически действующего аппарата необходимо задаться продолжительностью одного цикла. Чем большей будет выбрана продолжительность цикла, тем больше будет объем куба, так как он должен вместить навалку, соответствующую производительности аппарата за время, равное продолжительности цикла. Так, в нашем примере, если взять продолжительность, равную 2 суткам, то куб должен вместить $(10\,380 \times 2) \text{ кг}$ навалки. С точки зрения организации работы, наиболее удобным будет принять продолжительность цикла, равной 24 ч . В этом случае куб должен вмещать навалку, соответствующую суточной производительности. При определении размера куба принимают, что его полезный объем составляет $0,8$ от полного объема цилиндрической части. Отношение высоты H к диаметру D принимается равным $1 : 1,1$.

Пример 11. Определить объем и размеры куба для аппарата производительностью 1000 дал безводного спирта в сутки. Выход продуктов принять по примеру 10. Объем навалки будет равен объему сырца и оборотных сортов. Он равен

$$V = \frac{9900}{0,8405} + \frac{480}{0,824} = 12,4 \text{ м}^3.$$

Объем цилиндрической части при коэффициенте использования $0,8$ будет равен $12,4 : 0,8 = 15,5 \text{ м}^3$.

Примем $H : D = 1$. Тогда H определится из уравнения

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \cdot H,$$

откуда

$$H = \sqrt[3]{\frac{V \cdot 4}{\pi}};$$

$$H = D = 2,7 \text{ м.}$$

Высоту конической переходной части куба принимаем равной 0,4 м. Тогда общая высота куба будет равной $2,7 + 0,4 = 3,1$ м.

Колонна. Число тарелок принимается в соответствии с принятым флегмовым числом. Ниже приведены рекомендуемые числа тарелок в зависимости от среднего флегмового числа.

Выбор числа тарелок ректификационного аппарата периодического действия при стандартном ректификате

Среднее флегмовое число	Число тарелок	Среднее флегмовое число	Число тарелок
2,5	52	3	42
2,7	46	4	38

На основании этих данных выбираем число тарелок. Расстояние между тарелками принимается от 140 до 220 мм. Рекомендуется 170 мм, так как при этом расстоянии скорость в свободном сечении по уравнению (VI—13) будет равна (при $z = 25$ мм) 0,4 м/сек. Скорость в отверстиях сит принимается равной $4 \div 5$ м/сек.

Пример 12. Определить диаметр колонны в соответствии с заданием примера 10. Расчет можно вести для максимальной скорости сгонки. Такой период будет во время отбора I сорта. Если принять, что время отбора I сорта составляет 70% от всей продолжительности сгонки, то максимальное часовое количество паров дистиллята и флегмы, которое поднимается в колонне, будет равно

$$G = \frac{8875 (1 + 2,7)}{24 \cdot 0,7} = 1950 \text{ кг/ч.}$$

Объем этих паров при давлении 1 ата (10330 кг/м²), температуре 78,3° С и крепости 95,18% мас. найдем по уравнению $PV = GRT$. Здесь V дано в м³/ч. Газовая постоянная $R = \frac{22,4 \cdot 10^3}{273 M}$,

где M — средняя молекулярная масса паров. При крепости 95,18% мас.

$$M = \frac{95,18 \cdot 46 + 4,82 \cdot 18}{100} = 44,5 \text{ и } R = 19.$$

Отсюда в нашем примере

$$V = \frac{1950 \cdot 19 (273 + 78,3)}{3600 \cdot 10^3} = 0,354 \text{ м}^3/\text{сек.}$$

Найдем диаметр колонны при скорости паров 0,4 м/сек:

$$0,354 = \frac{3,14 D^2}{4} \cdot 0,4;$$

$$D \approx 1,07 \text{ м} = 1070 \text{ мм.}$$

Определение поверхности нагревательных элементов дефлегматора и холодильника

Для определения поверхности нагрева кубовых кипяtilьников или змеевиков необходимо определить их максимальную тепловую нагрузку. Периодом максимальной нагрузки будет, как сказано выше, период отбора I сорта. В этот период испаряется максимальное количество паров, которые образуются в кубе. Выше, в примере 12, было показано, как определяется максимальное часовое количество паров, поднимающихся в колонне. Это пары, образующиеся за счет тепла, переданного через поверхность кипяtilьников куба. Поэтому, если мы определим скрытую температуру испарения этих паров, то получим максимальную тепловую нагрузку кубовых кипяtilьников.

Пример 13. Определить поверхность нагрева нагревательных элементов куба для аппарата суточной производительностью 1000 дал безводного спирта. Все необходимые данные взяты из предыдущих примеров.

Максимальная тепловая нагрузка будет равна

$$1950 \cdot 231,5 = 450\,000 \text{ ккал/ч,}$$

где 231,5 — скрытая теплота испарения ректификата.

Коэффициент теплопередачи для кипящей жидкости в кубе найдем из уравнения:

$$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1} + \frac{1}{\alpha_2} + \frac{\delta}{\lambda}} \text{ ккал/(м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град).}$$

Считая для кипящей навалки $\alpha_1 = 2000 \text{ ккал/(м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град)}$, для конденсирующегося пара $\alpha_2 = 10\,000 \text{ ккал/(м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град)}$, $\delta = 0,003 \text{ м}$ и λ для стали $40 \text{ ккал/(м} \cdot \text{ч} \cdot \text{град)}$, имеем $K = 1470 \text{ ккал/(м}^2 \cdot \text{ч} \cdot \text{град)}$.

Приняв давление греющего пара равным 1,3 бар, имеем температуру его, равной $106,6^\circ \text{C}$. Температуру кипящей жидкости возьмем для наиболее неблагоприятного момента — конца сгонки I сорта, когда крепость спирта в кубе невелика. Примем ее равной 10% об. Тогда температура кипения будет $92,6^\circ \text{C}$. Разность температур будет $106,6 - 92,6 = 14,0 \text{ град}$.

Поверхность нагрева

$$F = \frac{450\,000}{14,0 \cdot 1470} \approx 22 \text{ м}^2.$$

Поверхность охлаждения дефлегматора и холодильника находятся также для периода наибольшей его тепловой нагрузки, т. е. для периода отбора спирта I сорта. Способ определения максимальной часовой нагрузки ясен из предыдущего.

Если обозначить количество паров флегмы, поступающих в дефлегматор за один цикл, через Φ , а продолжительность отбора I сорта принять равной 0,8 от всей продолжительности цикла, то

$$Q_d = \frac{\Phi r}{24 \cdot 0,8} \text{ ккал/ч,}$$

где r — скрытая теплота конденсации флегмы.

Аналогично для холодильника

$$Q_x = \frac{Dr + D(t_D - t_K)}{24 \cdot 0,7} \text{ ккал/ч,}$$

где D — количество ректификата за цикл;
 t_D — температура пара, поступающего в холодильник, равная температуре кипения ректификата;
 t_K — конечная температура ректификата.
 Имея значения Q_d и Q_x , находим поверхности теплопередачи дефлегматора и холодильника.

§ 6. НОРМЫ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ КУБОВЫХ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

Расчет производительности ректификационных аппаратов периодического действия производится по следующим формулам [9].

Суточная производительность кубового ректификационного аппарата, работающего по способу непрерывных наполнений, для зерно-картофельного спирта-сырца.

$$M = 1,1 (KF \pm 1,5n) K_1 K_2 \text{ дал/сутки.} \quad (X-1)$$

Для мелассного спирта-сырца

$$M = (KF \pm 1,5n) K_1 K_2 \text{ дал/сутки,} \quad (X-2)$$

где n — недостаток или избыток числа тарелок против числа 42;

F — площадь поперечного сечения колонны, m^2 ;

K — величина съема спирта с $1 m^2$ колонны (в дал безводного спирта в ч) берется в зависимости от типа тарелок и сечения колонны.

Значение коэффициента K находим по табл. X—9.

Таблица X-9
Значения K

Ситчатые тарелки		Колпачковые тарелки	
F колонны, m^2	K	F колонны, m^2	K
До 0,35	90	До 0,35	80
» 0,50	85	» 0,50	75
» 0,70	80	» 0,70	70
» 0,90	75	» 0,90	65
» 1,25 и больше	70	» 1,25	60

K_1 — коэффициент, зависящий от размеров поверхности теплообмена дефлегматора, приходящейся на 1 дал производительности аппарата в час.

Значение коэффициента K_1 находится по табл. X—10.

K_2 — число часов отбора I сорта ректифицированного спирта в течение суток, принимается по табл. X—11.

В первой графе табл. X—11 указана продолжительность одного цикла. K . п. д. — коэффициент полезного действия, т. е.

Значения K_1

Поверхность дефлегматора, м ² на дал/ч	K_1	Поверхность дефлегматора, м ² на дал/ч	K_1
0,3 и меньше	0,5	0,6	1,0
0,4	0,66	0,65	1,04
0,45	0,75	0,7	1,08
0,5	0,833	0,75	1,12
0,55	0,92	0,9 и больше	1,18

Таблица X-11

Значения K_2

Число часов, затраченное на перегонку навалки	К. п. д. аппарата	K_2
20	0,625	15
25	0,65	15,6
30	0,68	16,3
35	0,71	17
40	0,75	18

доля, которую составляет продолжительность отбора I сорта от общей продолжительности цикла.

Пример 14. Площадь сечения колонны $F=1,1$ м². Колонна имеет 46 ситчатых тарелок. Поверхность дефлегматора 50 м², продолжительность цикла 30 ч. К. п. д. равен 0,68. Определить производительность для мелассного сырья.

Сначала найдем ориентировочно часовую производительность аппарата. Она будет равна

$$M_{\text{ч}} = KF + (46 - 42) 1,5 = 70 \cdot 1,1 + 4 \cdot 1,5 = 83 \text{ дал/ч.}$$

Теперь вычислим поверхность дефлегматора, приходящуюся на 1 дал/ч. Она равна $50 : 83 = 0,6$.

Отсюда $K_1 = 1$. Находим M .

$$M = (70 \cdot 1,1 + 4 \cdot 1,5) 1 \cdot 16,3 = 1350 \text{ дал/сутки.}$$

ЛИТЕРАТУРА

- Фертман Г. И., Покровский А. Л., Вишневская Т. Л. «Спиртоводочная промышленность», 1940, № 3.
- Фертман Г. И. Ректификационные и брагоректификационные аппараты Пищепромиздат, 1956.
- Стабников В. Н., Попов В. Д., Редько Ф. А., Лысянский В. М. Процессы и аппараты пищевых производств. Пищепромиздат, 1966.
- Киров А. А. Аппараты для ректификации спирта. Пищепромиздат, 1940.
- Калуняц К. А. Труды ЦНИИСПА. Вып. XI, 1961.
- Фертман Г. И. Сб. «Новое в науке и технике спиртового производства». ВНИТО, 1940.
- Грязнов В. П., Соколов Б. И. «Спиртовая промышленность», 1959, № 2.
- Грязнов В. П., Пахалов А. П., Ржечичкая Г. В. «Спиртовая промышленность», 1959, № 6.
- Инструкция по определению и учету производственных мощностей ликероводочных заводов, утвержденная Госпланом СССР 28 ноября 1959 г.

Сл
ДВ
ПО
сер. воздушной
Блок охлаждающей

охлаждения лютерной воды, отходящей из колонны 10. Подогретый сырец поступает через смеситель 19 в эспурационную колонну 7. Смеситель служит для разбавления сырца, если это требуется, водой, поступающей из напорного резервуара 6. Эспурационная колонна состоит из двух частей: нижней, расположенной ниже входа сырца, и верхней. Эспурационная колонна имеет горизонтальный трубчатый дефлегматор 8 с водяным охлаждением и вертикальный трубчатый конденсатор 9. В этой колонне выделяются головные продукты, которые поступают в фонарь 24, а отсюда — в сборник. Освобожденный от большей части примесей сырец (эпюрат) направляется из нижней части эспурационной колонны в ректификационную колонну 10.

Ректификационная колонна имеет дефлегматор 11 и конденсатор 12. Спирт-ректификат отбирается в ней с одной из верхних тарелок (4-й или 5-й сверху) в жидком виде. Он направляется на холодильник спирта-ректификата 16, а отсюда — на фонарь 22 и контрольный снаряд. Головные продукты, выделенные из эпюрата, концентрируются в ректификационной колонне и отводятся из конденсатора 12 в эспурационную колонну. Этот продукт носит название непастеризованного, или нестандартного, спирта. Часть его присоединяется к флегме, поступающей в ректификационную колонну на дефлегматор.

Пары сивушного масла через сепаратор 25 поступают в холодильник 17, где они конденсируются. Далее конденсат поступает на маслоотделитель 20 через смеситель 21, куда добавляется вода, необходимая для выделения масла. Выделившееся масло направляется в сборник, а водно-спиртовой раствор возвращается в колонну через подогреватель 13. В ректификационной колонне отбираются также промежуточные продукты (крепкий сивушный спирт), которые направляются через холодильник 17 на фонарь 23. Греющий пар поступает через паровой регулятор 14 в нижнюю часть ректификационной колонны. Эспурационная колонна обогревается паром, поступающим из кубовой части ректификационной колонны, благодаря чему аппарат имеет только один паровой регулятор. Неконденсирующиеся газы из конденсаторов через сепаратор 33 направляются в конденсатор 32, установленный в баке холодной воды 34. В конденсаторе конденсируются спиртовые пары, унесенные газами, а газы выбрасываются в атмосферу. Для предохранения аппаратуры от сжатия устанавливаются вакуум-прерыватели 29, 30, 31. Для контроля количества продуктов устанавливаются ротаметры 15, а для контроля потерь спирта в лютере — пробный холодильник 18.

Охлаждающая вода поступает из бака холодной воды и проходит последовательно через холодильник 16, конденсаторы и дефлегматоры.

§ 2. ДРУГИЕ ТИПЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Кроме двухколонных ректификационных аппаратов, имеются многоколонные, в которых установлены дополнительные колонны для очистки ректификата от головной и хвостовой фракций. Известны различные типы многоколонных ректификационных аппаратов.

Остановимся на трехколонном аппарате с дополнительной сивушной колонной (рис. XI—2). Аппарат этот имеет следующие колонны: эпорационную 4; ректификационную, разделенную на две части: выварную 7 и концентрационную 8, сивушную 12.

Концентрационная часть в нижней части имеет так называемый аккумулятор 9. Он представляет собой резервуар, содержащий водно-спиртовой раствор. Наличие большого запаса жидкости в аккумуляторе ведет к тому, что колебания в притоке эпората и в его крепости не отражаются на работе ректификационной колонны.

Аппарат работает следующим образом. Спирт-сырец через фильтр 1 поступает в регулятор уровня 2, откуда идет в подогреватель сырца 3. Сырец подогревают горячей лютерной водой, выходящей из выварной части ректификационной колонны. Подогретый сырец направляют в эпорационную колонну 4. Поступающий в эту колонну сырец разбавляют лютерной водой, которую насосы 32 подают в бак 21.

Из эпорационной колонны пары, содержащие головные продукты, попадают в дефлегматор 5 и конденсатор 6. Часть конденсата возвращается в колонну в качестве флегмы. Другую часть направляют в секционный холодильник 15, откуда головные продукты идут в фонарь 25. Эпорат из нижней части эпорационной колонны поступает на верхнюю тарелку выварной части ректификационной колонны. Эпорационная колонна обогревается паром, подачу которого регулируют регулятором 27.

Лютерная вода из выварной части стекает в нагреватель сырца 3. Стандартный спирт в жидком виде отбирают с верхних тарелок ректификационной колонны. Затем он поступает в холодильник 15, а оттуда — в фонарь 24.

Ректификационная колонна имеет дефлегматор 10 и конденсатор 11. Часть конденсата из конденсатора 11, содержащая головные продукты, возвращается в эпорационную колонну.

Хвостовые и промежуточные примеси из ректификационной колонны в жидком виде проходят через фонарь 19 в дополнительную сивушную колонну 12. Назначение этой колонны заключается в концентрировании хвостовых примесей и отделении их от промежуточных.

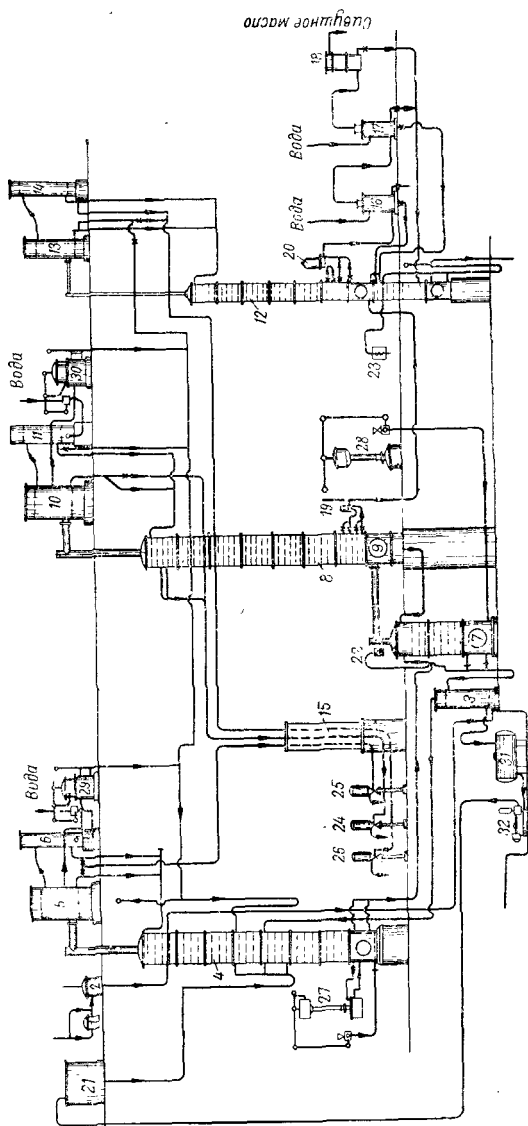


Рис. XI-2. Схема трехколонного ректификационного аппарата:

1 — фильтр для спирта-сырца, 2 — регулятор подачи спирта-сырца, 3 — подогреватель спирта-сырца телом отходящей лютерной воды, 4 — эваражная колонна, 5 — дефлегматор эваражной колонны, 6 — конденсатор эваражной колонны, 7 — выварная часть ректификационной колонны, 8 — концентрационная часть ректификационной колонны, 9 — аккумулятор ректификационной колонны, 10 — дефлегматор ректификационной колонны, 11 — конденсатор ректификационной колонны, 12 — сивушная колонна, 13 — дефлегматор сивушной колонны, 14 — конденсатор сивушной колонны, 15 — сивушная колонна, 16, 17 — отделители сивушного масла, 18 — маслопрываватель, 19 — фонарь сивушной жидкости, 20 — фонарь сивушной жидкости, 21 — бак для телой воды, 22 — пробный холодильник выварной части колонны, 23 — пробный холодильник сивушной части ректификационной колонны, 24 — фонарь для головных продуктов, 25 — фонарь для головных продуктов, 26 — паровой регулятор выварной части ректификационной колонны, 27 — паровой регулятор эваражной колонны, 28 — паровой регулятор выварной части ректификационной колонны, 29 — вольная регулятор эваражной колонны, 30 — вольная регулятор лютерной воды, 31 — бак лютерной воды.

Эта колонна, как и ректификационная, имеет укрепительную и выварную части, между которыми находится аккумулятор. Сивушное масло отбирают в этой колонне в концентрированном виде через фонарь 20 и направляют в маслоотделительную установку. Промежуточные продукты, этиловый спирт и головные продукты из дефлегматора этой колонны частично возвращаются в эспурационную колонну, а частично — в качестве флегмы — в колонну 12. Из конденсатора 14 промежуточные продукты поступают в фонарь 26. Сивушную колонну снабжают паром из выварной части ректификационной колонны, которая имеет паровой регулятор 28.

Сивушное масло из колонны 12 через фонарь 20 отбирают в отделители 16 и 17 и промыватель 18. Промывные воды возвращают в сивушную колонну.

На рис. XI—2 не показаны водяная и паровая коммуникации, а также воздушники. Охлаждающая вода поступает последовательно в конденсаторы и дефлегматоры. Подачу ее регулируют водяными регуляторами 29 и 30. Водно-спиртовую жидкость, стекающую из этих регуляторов, направляют в эспурационную колонну.

Для улучшения очистки ректификата от головных примесей ректификационные аппараты непрерывного действия снабжаются также колоннами окончательной очистки. Назначение этих колонн заключается в том, чтобы выделить из ректификата оставшиеся в нем головные продукты [1].

Колонны окончательной очистки обогреваются глухим паром через змеевик, установленный в нижней части колонны. Ректификат из ректификационной колонны поступает в верхнюю часть колонны окончательной очистки и, стекая по тарелкам, подвергается кипячению. Головные продукты поступают в конденсатор и удаляются из аппарата. Очищенный окончательно ректификат из нижней части колонны поступает на холодильник.

§ 3. УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ РЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА

Е. Н. Бартенев для улучшения качества пастеризованного спирта предложил отбирать его путем разделения ректификационной колонны по паровому потоку на две колонны при помощи установок глухой (бесколлапчковой) тарелки (рис. XI—3).

Пар, поднимающийся в колонне, доходит до этой тарелки и по паровым трубам поступает под крышку колонны, а отсюда — в дефлегматор. Флегма, возвращающаяся в колонну, спускается по верхним тарелкам колонны до глухой тарелки. На этой тарелке установлен змеевик, который обогревается паром и создает поток пара в верхней части колонны.

Таким образом, пастеризованный спирт, стекающий с глу-

хой тарелки, не соприкасается с парами, поднимающимися в колонне, и не загрязняется, по мысли автора, головными примесями, содержащимися в этих парах. Пастеризованный спирт отбирается в жидком виде с глухой тарелки.

Устройство, предложенное Е. Н. Бартевым, было отмечено премией конкурса на усовершенствование брагоректификационных аппаратов, который состоялся в 1963 г.

Б. И. Соколов и М. П. Гнетов также внесли предложения [2] по усовершенствованию технологической схемы двухколонного ректификационного аппарата.

На рис. XI-4 приведена разработанная ими схема аппарата. Наиболее существенными изменениями в этой схеме являются следующие.

Эпюрационная колонна переводится на обогрев закрытым паром, для чего при ней устанавливается кипятильник 5.

Крепость спиртовых паров, поступающих в дефлегматор эпюрационной колонны, снижается до 20—22% мас. Для этого на верхнюю тарелку эпюрационной колонны подается горячий конденсат.

Соотношение числа тарелок укрепляющей и истощающей части эпюрационной колонны устанавливается равным 32 (вместо 40, принятых в типовых аппаратах).

Вследствие этих изме-

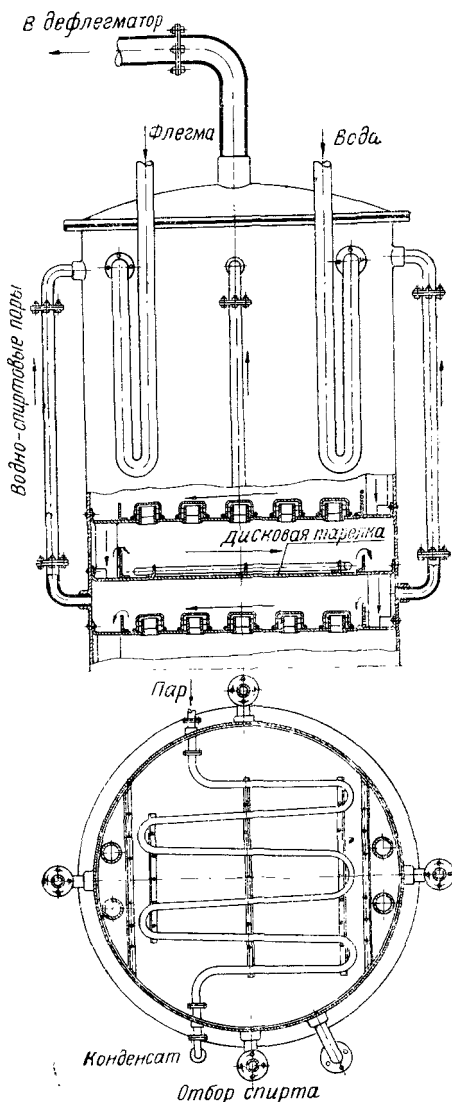


Рис. XI-3. Бесколпачковая тарелка для отбора спирта высшей очистки.

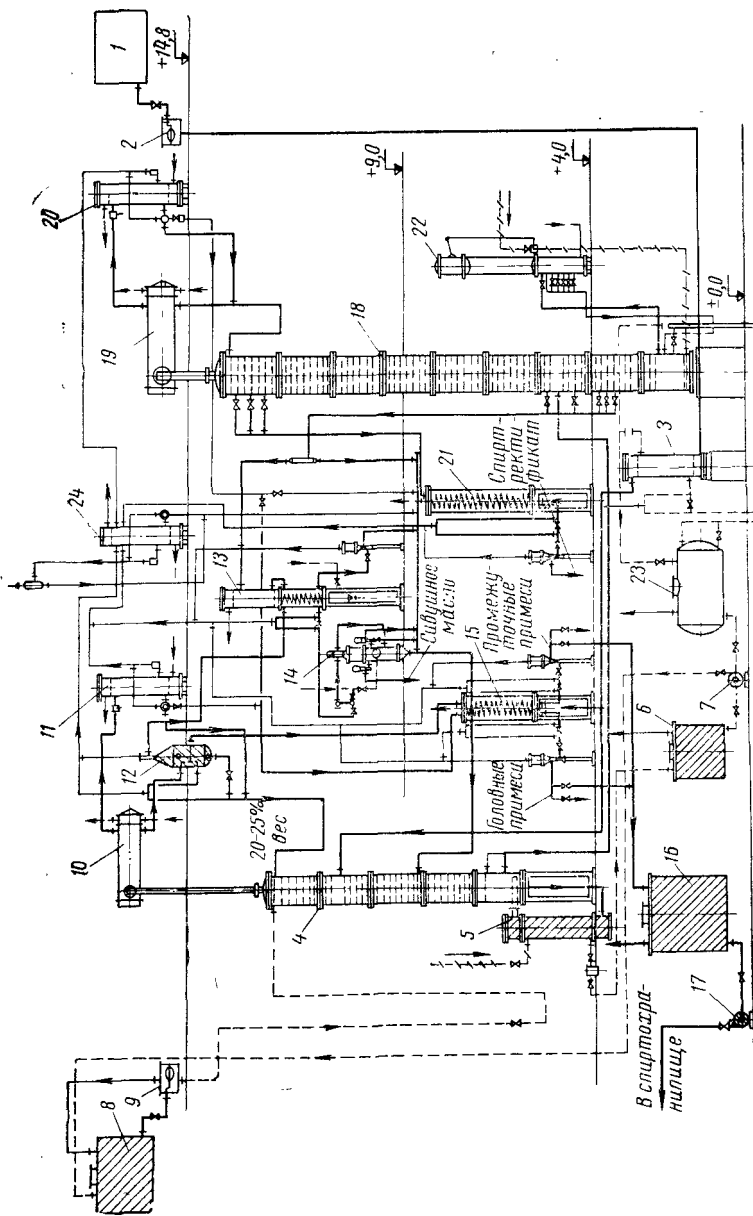


Рис. XI-4. Схема ректификационного аппарата, предложенная Б. И. Соколовым и М. П. Гнетовым:

1 — напорный бак для сырого конденсата, 2 — регулятор напора, 3 — подогреватель спирта, 4 — энтропическая колонна, 5 — кипильник, 6 — сборник конденсата, 7 — насос, 8 — напорный бак для горячей воды, 9 — регулятор напора, 10 — дефлегматор энтропической колонны, 11 — конденсатор, 12 — декантатор, 13 — холодильник для свиного масла и промежуточных продуктов, 14 — свинопромыватель, 15 — холодильник для головных примесей, 16 — сборник головных примесей, 17 — насос, 18 — укрепляющая колонна, 19 — дефлегматор, 20 — конденсатор, 21 — холодильник для ректификованного спирта, 22 — паровой регулятор, 23 — сборник лютерной воды, 24 — спиртоловушка.

нений в дефлегматор эспирационной колонны 10 поступают как головные, так и промежуточные и хвостовые примеси. Для выделения сивушного масла служит декантатор 12. Сивушное масло в декантаторе собирается в верхнем слое, нижний слой содержит промежуточные продукты, которые выводятся через холодильник 15. Головные продукты также поступают в холодильник 15 и выводятся из аппарата. Все эти отходы собираются и периодически укрепляются для получения технического спирта.

При этой системе работы ректификационная колонна в значительной мере освобождается от примесей и работает главным образом как укрепляющая. Схема Б. И. Соколова и М. П. Гнетова была отмечена на Всесоюзном конкурсе 1963 г. поощрительной премией.

§ 4. МАТЕРИАЛЬНЫЙ И ТЕПЛОВОЙ БАЛАНСЫ РЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Материальный баланс ректификационного аппарата составляют на основании данных практики. Все примеси спирта-сырца при этом присчитываются к безводному спирту, что необходимо иметь в виду при дальнейших расчетах. Физические показатели примесей (удельная теплоемкость, относительная плотность, теплота испарения) принимают как для этилового спирта. Это, разумеется, вносит некоторую неточность, но незначительную, так как количество примесей невелико. Примеси вместе с этиловым спиртом именуется алкоголем.

Принимаем, что потери ректификации составляют 0,6% по массе безводного спирта, вводимого с сырцом.

Количество безводного спирта, отходящего с головными продуктами из эспирационной колонны, принимаем в среднем равным 3% от всего введенного в аппарат алкоголя. Количество алкоголя, отводимого с промежуточными продуктами из ректификационной колонны, составляет около 1%. С сивушным маслом уходит ~0,4% алкоголя по массе, введенной в аппарат. На основании этих данных, а также некоторых других нормативов, можно составить материальный баланс ректификационного аппарата.

Пример 15. Составить материальный и тепловой балансы ректификационного аппарата производительностью 1000 дал безводного этилового спирта в сутки.

Спирт-ректификат имеет крепость 96% об., сырца — 88% об.

Для лучшего понимания расчета рекомендуется ознакомиться со схемой, данной на рис. XI—5.

Эспирационная колонна рассматривается вместе с конденсатором и дефлегматором как замкнутая система (пунктир на рис. XI—5). Сначала, не останавливаясь на процессах, происходящих в этой системе, подсчитаем только количество входящих и уходящих продуктов и их теплосодержание.

На рис. XI—5 (по результатам подсчета) изображены в масштабе входящие и уходящие потоки тепла.

Материальный баланс элюационной колонны

Определим количество сырья, поступающего в аппарат в час. Производительность аппарата по безводному спирту при относительной плотности спирта 0,8 составляет

$$\frac{1000 \cdot 10 \cdot 0,8}{24} = 330,7 \text{ кг/ч.}$$

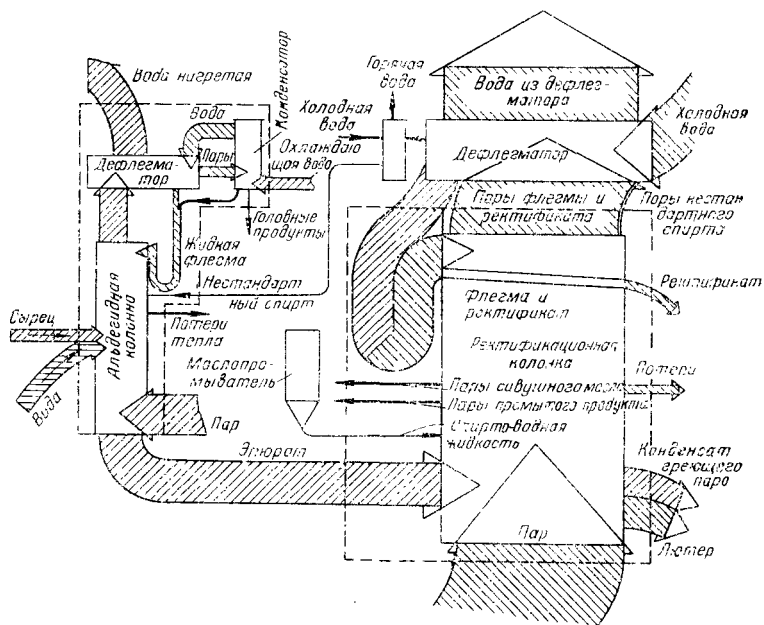


Рис. XI-5. Тепловые потоки в ректификационном аппарате.

С главными примесями из элюационной колонны уходит алкоголя*

$$\frac{330,7 \cdot 3}{100} = 9,92 \text{ кг/ч;}$$

с промежуточными продуктами уходит

$$\frac{330,7 \cdot 1}{100} = 3,31 \text{ кг/ч;}$$

с сивушным маслом уходит

$$\frac{330,7 \cdot 0,4}{100} = 1,32 \text{ кг/ч.}$$

Таким образом, общее количество алкоголя в сырце, без учета потерь, должно быть равно:

$$330,7 + 9,92 + 3,31 + 1,32 = 345,25 \text{ кг/ч.}$$

* Под алкоголем условно понимаем все летучие компоненты, кроме воды.

Количество алкоголя в сырце, вводимом за час, с учетом потерь составит

$$\frac{345,25 \cdot 100}{(100 - 0,6)} = 347,3 \text{ кг/ч,}$$

здесь 0,6 — потери алкоголя, % мас.

Составим материальный баланс эспирационной колонны.

Таблица XI-1

Материальный баланс эспирационной колонны

Продукт	Содержание, кг/ч		
	всего	алкоголя	воды
Приход			
Спирт-сырец крепостью 83,15% мас.	417,8	347,3	70,5
Вода для разбавления сырца до крепости 35% мас. . .	574,5	—	$\frac{347,3 \cdot 100}{35}$
			—417,8 = 574,5
Нестандартный спирт из конденсатора ректификационной колонны — 3% от массы безводного спирта в ректификате при крепости его 93,89% мас.	$\frac{9,9 \cdot 100}{93,89} = 10,5$	$\frac{330,7 \cdot 3}{100} = 9,9$	0,6
Греющий пар открытый 4 кг на 1 дал безводного спирта, поступающего в эспирационную колонну	180	—	$\frac{4(347,3 + 9,9)}{10 \cdot 0,795} = 180$
Охлаждающая вода на дефлегматор и конденсатор . .	W	—	W
Всего . . .	1182,8 + W	357,2	825,6 + W
Расход			
Отводится головных продуктов при крепости 92% мас.	$\frac{9,92 \cdot 100}{92} = 10,8$	9,92	10,8 — 9,92 = —0,88
Эпюрат в ректификационную колонну	1182,8 — 10,8 = —1172	357,2 — 9,92 = —347,28	1172 — 347,28 = —824,72
Охлаждающая вода из дефлегматора и конденсатора .	W	—	W
Всего . . .	1182,8 + W	357,2	825,6 + W

При составлении материального баланса (табл. XI—1) примем:

1) сырец разбавляется до крепости 35% мас.;

2) в эспирационную колонну возвращается 3% нестандартного спирта по массе безводного спирта в ректификате.

При составлении теплового баланса принимаем, что охлаждающая вода поступает в конденсатор при $t=20^{\circ}\text{C}$ и уходит из дефлегматора при $t=60^{\circ}\text{C}$ (см. табл. XI—2).

Крепость эспирата составит

$$\frac{347,28 \cdot 100}{1172} = 29,6\% \text{ мас.}$$

Температура кипения эспирата при этой крепости $84,8^{\circ}\text{C}$.

На основании материального баланса составим тепловой баланс эспирационной колонны (табл. XI—2).

Таблица XI-2

Тепловой баланс эспирационной колонны

Продукт	$S, \text{ ккал}/(\text{кг} \cdot \text{град})$	$t, ^{\circ}\text{C}$	$i, \text{ ккал}/\text{кг}$	Расчет теплосодержания	Итого, ккал/ч
Приход					
Сырец крепостью 83,15% мас. (жидкость)	0,85	75	63,5	417,8-63,5	26 500
Вода, разбавляющая сырец	1,0	80	—	574,5-80	46 000
Нестандартный спирт крепостью 93,89% мас.	0,67	30	20,0	10,5-20,0	210
Греющий пар, $p=1,3 \text{ бар}$	—	—	641,2	180-641,2	115 416
Охлаждающая вода, проходящая последовательно конденсатор и дефлегматор	1	20	20	$W-20$	$W-20$
Всего					$188\,126 + 20W$
Расход					
Эспират крепостью 29,6% мас. (жидкий)	1,05	84,8	89	1172-89	104 308
Головные продукты крепостью 92% мас. (жидкие)	0,65	33	21,4	10,8-21,4	232
Потери тепла в окружающее пространство	—	—	—	2,5% от 188 126	4 700
С охлаждающей водой из конденсатора и дефлегматора	1	60	60	$W-60$	$W-60$
Всего					$109\,240 + 60W$

Составим уравнение теплового баланса:

$$188\,126 + 20W = 109\,240 + 60W;$$

отсюда расход воды на конденсатор и дефлегматор

$$W = \frac{188\,126 - 109\,240}{60 - 20} = 1972 \text{ кг/ч.}$$

В конденсаторе и дефлегматоре отнимается теплота $Q \approx 78886 \text{ ккал/ч.}$

Принимаем, что в дефлегматоре отводится 75% от этого количества тепла. Тогда количество тепла, отводимого дефлегматором, будет равно 59250 ккал/ч, а конденсатором $\approx 19750 \text{ ккал/ч.}$

Полученные результаты подсчета позволяют также определить поток тепла, идущий из колонны в дефлегматор и конденсатор и возвращающийся обратно в колонну из дефлегматора с жидкой флегмой. Из колонны уходят в дефлегматор пары. Допустим, что эти пары, конденсируясь в дефлегматоре и конденсаторе, отдают только свою теплоту конденсации и возвращаются в колонну при температуре конденсации. Примем, что крепость паров 92% мас., тогда $r = 230 \text{ ккал/кг.}$

$$i = r + ct = 230 + 63 = 293 \text{ ккал/кг.}$$

Количество тепла, возвращающееся в колонну с жидкой флегмой, составит

$$\frac{78\,886}{230} 63 = 21\,609 \text{ ккал/ч.}$$

Это тепло будет, таким образом, «оборотным». Оно уходит из колонны с парами и возвращается с жидкостью.

Тепло жидкой флегмы распределим так же, как и тепло, отдаваемое парами, т. е. примем, что из дефлегматора возвращается 75% этого тепла (16200 ккал/ч), а остальное (5400 ккал/ч) — из конденсатора.

Эти потоки показаны на рис. XI—5 внутри пунктирного контура.

Материальный баланс ректификационной колонны

Из ректификационной колонны отбирают сивушное масло и промежуточные продукты (крепкий сивушный спирт). Сивушное масло отбирается в парах при крепости $\sim 50\%$ мас. Содержание сивушного масла составляет при этом около 40% мас. от общего количества летучих компонентов, или

$$\frac{50 \cdot 40}{100} = 20\% \text{ к массе всех паров.}$$

Ранее было найдено, что количество алкоголя, уходящего с сивушным маслом, составляет 1,32 кг/ч. Следовательно, количество пара, в составе которого отходит сивушное масло, будет равно

$$\frac{1,32}{20} 100 = 6,6 \text{ кг/ч.}$$

В нем будет содержаться

$$\frac{6,6 \cdot 50}{100} = 3,3 \text{ кг алкоголя и } 3,3 \text{ кг воды.}$$

В маслопромывателе сивушное масло промывают водой, затем его направляют на склад при крепости 86% мас. Промывные воды возвращаются в колонну, имея крепость 20% мас. Если принять эти показатели, то массовое количество сивушного масла, отводимого на склад, составит

$$\frac{1,32}{86} 100 = 1,54 \text{ кг/ч.}$$

Материальный баланс ректификационной колонны

Таблица XI-3

Продукт	Крепость, % мас.	Содержание, кг/ч		
		алкоголя	воды	всего
Приход				
Элюрат	29,5	347,28	824,72	1172
Флегма и ректификат из дефлегматора и конденсатора (жидкость)	93,89	$(\Phi + D) 93,89$	$(\Phi + D) (100 - 93,89)$	$(v+1)D = (1+3,5)D = 4,5D$
Греющий пар	—	100	100	G
Возвращающаяся из маслопромывателя водно-спиртовая жидкость	20	1,98	7,92	G
Всего	—	—	—	$1181,9 + \Phi + D + G$
Расход				
Спирт-ректификат (жидкость)	93,89	330,7	22,3	353
Пары сивушного масла	50	3,3	3,3	6,6
Пары промежуточных продуктов	80	3,31	0,82	4,13
Пары, образующие нестандартный спирт, направляемый в элюрационную колонну	93,89	9,9	0,6	10,5
Лютерная вода (без конденсата пара)	—	—	807,67	$1181,9 - (353 + 6,6 + 4,13 + 10,5) = 807,67$
Потери спирта, 0,6% к массе алкоголя в сырье	—	$345,25 \cdot 0,6 = 2,05$	—	2,05
Пары флегмы и ректификата, поступающие в дефлегматор	93,89	$(\Phi + D) 93,89$	$(\Phi + D) (100 - 93,89)$	$(v+1)D = 4,5D$
Конденсат греющего пара	—	100	100	G
Всего	—	—	—	$1181,9 + \Phi + D + G$

Таблица XI-4

Тепловой баланс ректификационной колонны

Продукт	c , ккал/(кг·град)	t , °C	i , ккал/кг	Расчет теплосодержания	Итого, ккал/ч
Приход					
Элюрат	1,05	84,7	89	1172 · 89	104 308
Флегма и ректификат из дефлегматора и конденсатора в жидком виде	0,8	78,6	63	$(1270 + 353)63 = 1623 \cdot 63$	102 250
Греющий пар, $p = 1,3$ бар	—	—	641,2	641,2 G	$G \cdot 641,2$
Возвращающаяся из маслопромывателя водно-спиртовая жидкость	1,05	80	84	9,9 · 84	832
Всего	—	—	—	—	$207 390 + G \cdot 641,2$
Расход					
Спирт-ректификат (жидкость)	0,8	78,6	63	353 · 63	22 240
Пары сивушного масла	—	91,9	459	6,6 · 459	3 030
Пары промежуточных продуктов	—	80,6	335	4,13 · 335	1 384
Пары нестандартного спирта	—	78,4	280	10,5 · 280	2 940
Лютерная вода (без конденсата)	1	106,56	106,56	807,6 · 106,56	85 650
Флегма и ректификат в парах, уходящих в дефлегматор	—	78,4	280	$(1270 + 353)280$	454 440
Потери в окружающее пространство	—	—	—	5% от суммы всех предыдущих величин	25 000
Конденсат греющего пара	1	106,56	106,56	$G \cdot 106,56$	$G \cdot 106,56$
Всего	—	—	—	—	$594 684 + 106,56 G$

Так как количество паров, в составе которых отходит сивушное масло, равно $6,6 \text{ кг/ч}$, то обратно в колонну вернется $6,6 - 1,54 = 5,06 \text{ кг}$ жидкости в час с содержанием алкоголя $3,3 - 1,32 = 1,98 \text{ кг}$.

Общее количество жидкости, возвращенной в колонну, равно

$$\frac{1,98}{20} 100 = 9,9 \text{ кг/ч.}$$

Следовательно, количество добавляемой в маслопромыватель воды составит $9,9 - 5,06 = 4,84 \text{ кг/ч}$. Что касается промежуточных продуктов, то их отводят из колонны также в парах. Содержание алкоголя в них, по предыдущему, $3,31 \text{ кг/ч}$. Крепость паров, из которых отбирают промежуточные продукты, составляет 80% мас. Общее количество паров отводимых из колонны, равно

$$\frac{3,31}{80} 100 = 4,13 \text{ кг/ч.}$$

Материальный баланс ректификационной колонны приведен в табл. XI—3, при этом принятые ранее потери алкоголя отнесены полностью к ректификационной колонне.

При составлении балансов рассматривается только колонна; конденсатор и дефлегматор исключены (см. рис. XI—5).

Для ректификационной колонны флегмовое число принято равным 3,5. Количество флегмы Φ равно vD . За дистиллят в данном случае следует принять сумму ректификата и нестандартного спирта, поступающего из конденсатора ректификационной колонны в эпурационную.

$$D = 353 + 10,5 = 363,5 \text{ кг/ч.}$$

Следовательно, $\Phi = 363,5 \cdot 3,5 = 1270 \text{ кг/ч}$ при крепости 93,8% мас.

В таблице материального баланса ректификационной колонны остается невыясненным только значение количества пара G . Для нахождения G необходимо составить тепловой баланс ректификационной колонны (табл. XI—4).

Приравнявая приход и расход тепла, определенные в табл. XI—4, имеем:

$$207\,390 + 641,2G = 594\,684 + 106,56G;$$

отсюда

$$G = \frac{594\,684 - 207\,390}{641,2 - 106,56} = 725 \text{ кг/ч.}$$

или

$$\frac{725 \cdot 24}{1000} = 17,4 \text{ кг/дал спирта.}$$

На основании выполненного расчета построен график на рис. XI—5, изображающий поток тепла в ректификационной колонне. Из рассмотрения графика ясно, что основную роль в тепловом балансе играют два компонента:

этиловый спирт и вода. Поэтому при ориентировочном расчете расхода тепла можно значительно упростить расчет, не рассматривая движение примесей [3].

§ 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ РАЗМЕРОВ РЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Число тарелок эшюрационной колонны устанавливают по данным практики. В выварной части число их должно быть достаточным для того, чтобы удалить головные продукты, а в концентрационной таково, чтобы крепкий спиртовой раствор смог поглотить и задержать хвостовые и промежуточные продукты.

Гладилин [1] указывает, что число тарелок укрепляющей части ректификационной колонны берется равным 40, а истощающей 16. Таким образом, общее число тарелок равно 56. В современном проекте ректификационного аппарата Гипроспирта число тарелок ректификационной колонны увеличено до 66, при этом в укрепляющей части установлено 50 тарелок. Таким образом, и здесь имеется тенденция к увеличению числа тарелок.

Тарелки эшюрационной и ректификационной колонн многоколпачковые со сливными перегородками.

Число тарелок ректификационной колонны двухколонного аппарата может быть определено графическим расчетом. При этом считают, что перегонке подвергается бинарная смесь этиловый спирт — вода. Крепость поступающей в колонну водноспиртовой смеси нам известна: она соответствует крепости эшюрата. Флегмовое число при расчете берут то же, что и при составлении теплового баланса. Обычно оно колеблется в пределах 3—4.

Содержание этилового спирта в дистилляте соответствует его содержанию в стандартном спирте. Содержание спирта в лютерной воде не более 0,015% мас. Имея эти данные, можно построить рабочие линии верхней и нижней колонн и, воспользовавшись кривой равновесия для системы этиловый спирт — вода, найти теоретическое число тарелок колонны. Для перехода к числу реальных тарелок следует разделить число теоретических тарелок на к. п. д. тарелки.

Достаточно точных данных для к. п. д. тарелок различных типов в настоящее время еще нет. Можно рекомендовать пользоваться значением к. п. д. для многоколпачковых тарелок ректификационной колонны, равным 0,3, а для выварной 0,5. В двухколонном аппарате диаметр колонны ректификационного аппарата определяют из уравнения

$$V = \frac{\pi D^2}{4} \omega,$$

где V — объем паров, протекающих в колонне, $m^3/сек$;
 D — внутренний диаметр аппарата, m ;
 w — скорость пара в аппарате, $m/сек$.

Скорость пара находят по уравнению Киршбаума (см. гл. VI). Расстояние между тарелками эюорационной и ректификационной колонн принимают равным 170—200 мм. Объем паров, протекающих в колоннах, находится так же, как указано в гл. VI. Расчет элементов тарелок не отличается от расчета тарелок братоперегонных аппаратов. Эти расчеты были изложены в примерах гл. VI.

Вопрос о числе тарелок эюорационной колонны рассмотрен в гл. VIII.

В первых конструкциях аппарата Барбэ в укрепляющей части эюорационной колонны устанавливали 14 тарелок, а истощающей 7—9 тарелок. В аппарате Гильома соответственно 14 и 14.

В аппарате полупрямого действия (брагоректификационном) Гладиллина в укрепляющей колонне было установлено 10 тарелок в укрепляющей части и 14 в истощающей. Гладиллин [1] указывает, что эюорационная колонна в укрепляющей части имеет от 10 до 14 тарелок, а в истощающей от 14 до 20 тарелок.

В современных аппаратах, спроектированных Гипроспиртвино, 20 и 20 тарелок. Таким образом, можно отметить тенденцию к увеличению числа тарелок в эюорационной колонне как в ее истощающей, так и в укрепляющей части.

§ 6. РАСХОД ПАРА И ВОДЫ НА РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Расход пара на ректификационный аппарат непрерывного действия в основном зависит от крепости (содержания алкоголя) и качества исходного продукта и от крепости полученного на аппарате рекфиката.

Некоторое представление об этом дает табл. XI—5 [1].

К сожалению, Н. И. Гладиллин, составивший эту таблицу, не указывает, какова была крепость сырца и добавлялась ли лютерная вода на эюорационную колонну. Крепость эюората была, по-видимому, в пределах 45—65% об.

Рассматривая данные табл. XI—5, можно установить, что при повышении крепости рекфиката происходит увеличение расхода пара и производительность аппарата при этом уменьшается. Это естественно, так как повышение крепости рекфиката связано с увеличением флегмового числа ректификационной колонны, что приводит к меньшему выходу дистиллята. Уменьшение флегмового числа влечет за собой увеличение производительности, снижение крепости и уменьшение расхода пара [4].

Гладиллин [1] считает, что расход пара на 1 дал спирта в

Таблица XI-5

Расход пара на двухколонный ректификационный аппарат при различной крепости ректификата

Крепость ректификата, % об.	Расход пара, кг/дал безводного спирта	Производительность аппарата, дал/ч	Выход ректификата, % от объема сырья
96,5	37,1	98,4	96,62
96,5	32,1	123	96,51
96,4	27,6	123	96,4
96,3	26,1	132,8	96,39
96,1	23,8	159,9	96,45
96,0	23,6	156,2	97,3
96,0	20,4	172,1	97,06
95,9	21,8	184,5	96,4
95,8	20,1	184,5	97,14
95,4	18,5	221,4	96,82
95,3	18,0	221,4	96,71
95,3	17,3	258,3	96,2
95,0	17,0	258,3	96,18

двухколонном ректификационном аппарате составляет 17,5—18 кг при крепости ректификата 95,5% об. Если крепость ректификата повышается до 96,0—96,2% об., то расход пара возрастает до 22—25 кг.

Тот же автор отмечает, что расход пара на эспирационную колонну составляет 2—2,5 кг/дал спирта, что, как нам кажется, несколько занижено.

Расход пара на четырехколонный ректификационный аппарат несколько больше, чем на двухколонный. Конечно, и здесь расход пара зависит от крепости спирта-ректификата, что видно из данных табл. XI—6.

Таблица XI-6

Расход пара на четырехколонный аппарат

Колонны	Расход пара, кг/дал безводного спирта в ректификате крепостью	
	95,52% об.	96—96,2% об.
Эспирационная	4—5	4—5
Ректификационная	16—20	24—28
Окончательной очистки	3—5	2—3
Сивушная	4—6	4—7
Всего	27—36	34—43

Следует учесть, что в этом аппарате элюрат имел крепость 15—25% об., так как спирт-сырец сильно разбавлялся водой.

Если аппарат не имеет колонны окончательной очистки, то расход пара уменьшается на величину расхода на эту колонну [1].

Расход воды в ректификационных аппаратах непрерывного действия принимается в соответствии с расходом пара (табл. XI—7).

Т а б л и ц а XI-7
Расход воды на ректификационные аппараты непрерывного действия

Тип аппарата	Расход воды, кг/дал безводного спирта в ректификате крепостью	
	95,5 % об.	96,5% об.
Двухколонные	175—180	220—250
Трехколонные	270—310	320—400
Четырехколонные	300—360	340—430

ЛИТЕРАТУРА

1. Г л а д и л и н Н. И. Руководство по ректификации спирта. Пищепромиздат, 1952.
2. К итогам конкурса на тему «Усовершенствование брагоректификационных и ректификационных аппаратов». «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 6.
3. С т а б н и к о в В. Н., Х а р и н С. Е. Теоретические основы ректификации спирта. Пищепромиздат, 1951.
4. К и р о в А. А. Аппараты для ректификации спирта. Пищепромиздат, 1940

ГЛАВА XII

БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ

§ 1. КЛАССИФИКАЦИЯ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

Брагоректификационные аппараты являются основным типом аппаратов для получения ректификованного спирта на современных спиртовых заводах.

На брагоректификационных аппаратах спирт-ректификат получают непосредственно из бражки. Поступающая в аппарат бражка непрерывно разделяется в нем на спирт-ректификат (того или иного сорта), эфирно-альдегидную фракцию (э. а. ф), сивушное масло, барду и лютерную воду. Иногда также отбирают отдельно промежуточные продукты (сивушный спирт).

Брагоректификационные аппараты в последние годы были предметом глубокого научного изучения, и в настоящее время во многих исследованиях освещена их работа и предложены новые технологические схемы брагоректификации. Параметрические ряды технологических линий, разработанные Гипроспиртвино, предусматривают для спиртовых заводов, работающих на зерно-картофельном сырье, аппараты производительностью 1000, 1500, 2000, 3000 и 6000 дал безводного спирта в сутки, а для мелассных заводов 2000, 3000, 6000 дал безводного спирта в сутки.

Существующие брагоректификационные аппараты могут быть разделены на три основные класса:

- 1) аппараты прямого действия;
- 2) аппараты полупрямого действия;
- 3) аппараты косвенного действия.

В аппаратах прямого действия (рис. XII—1, А) головные продукты отделяют непосредственно из бражки в элюационной колонне, установленной над бражной колонной. После этого бражка поступает в бражную колонну, где из нее вываривают этиловый спирт, хвостовые примеси и остатки головных примесей. Основную массу паров из бражной колонны направляют в ректификационную. Некоторая часть паров переходит через трубу, снабженную дроссельным клапаном, в элюационную колонну для обогрева ее. Количество пара регулируют поворотом ручки дроссельного клапана.

Следовательно, в аппаратах этого типа в ректификационную колонну поступают пары, уже освобожденные от основной массы головных примесей. Так как эшорации в этом случае подвергается продукт, содержащий малый процент спирта, то мно-

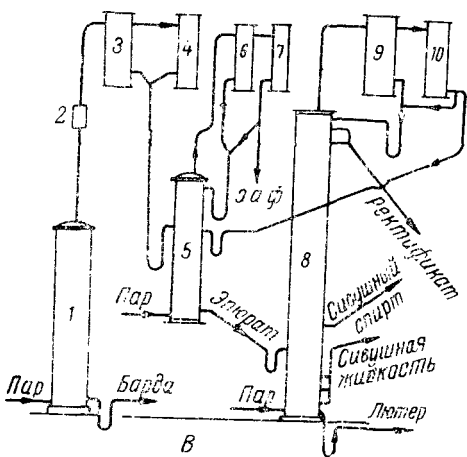
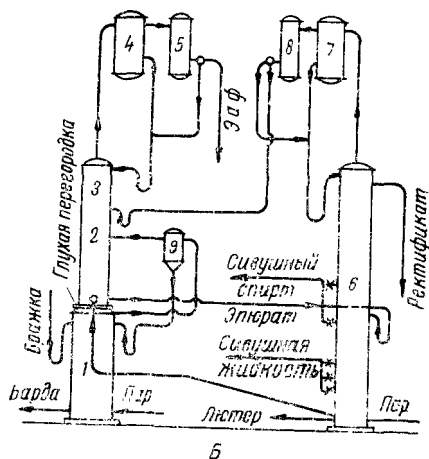
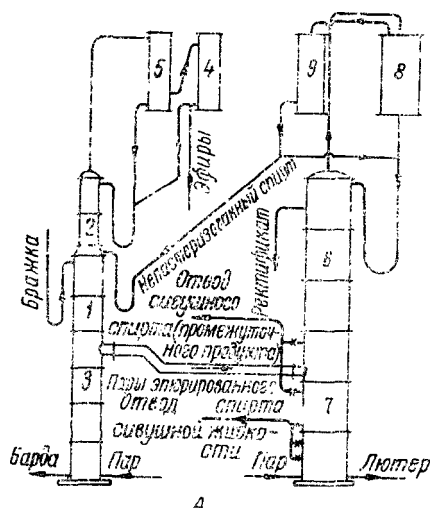


Рис. XII-1. Принципиальные схемы брагоректификационных аппаратов.

А — прямого действия: 1 — выварная часть эшорационной колонны, 2 — концентрационная часть эшорационной колонны, 3 — бражная колонна, 4 — дефлегматор эшорационной колонны, 5 — конденсатор эшорационной колонны, 6, 7 — ректификационная колонна, 8 — дефлегматор ректификационной колонны, 9 — конденсатор ректификационной колонны; Б — полупрямого действия: 1 — бражная колонна, 2 — выварная часть эшорационной колонны, 3 — концентрационная часть эшорационной колонны, 4 — дефлегматор эшорационной колонны, 5 — конденсатор эшорационной колонны, 6 — ректификационная колонна, 7 — дефлегматор ректификационной колонны, 8 — конденсатор ректификационной колонны, 9 — ловушка; В — косвенного действия: 1 — бражная колонна, 2 — ловушка, 3 — конденсатор, 4 — дополнительный конденсатор, 5 — эшорационная колонна, 6 — дефлегматор эшорационной колонны, 7 — конденсатор эшорационной колонны, 8 — ректификационная колонна, 9 — дефлегматор ректификационной колонны, 10 — конденсатор ректификационной колонны.

гие примеси спирта в этих условиях имеют коэффициент ректификации $K' > 1$. Поэтому они будут выделяться из бражки частично в эшорационной колонне. Основную часть хвостовых, промежуточных и остатки головных продуктов отбирают в ректификационной колонне. Ректификат отводят в жидком виде с одной из верхних тарелок ректификационной колонны.

Аппараты этого типа наиболее экономичны в теплотехническом отношении.

В аппаратах полупрямого действия (см. рис. XII—1, Б) бражка, не подвергаясь предварительной эюрации, поступает непосредственно в бражную колонну.

Водно-спиртовые пары в этой колонне вместе со всеми примесями направляют через ловушку (сепаратор) 9 в эюрационную колонну, где из них выделяют головные примеси. Очищенный от головных примесей спирт, содержащий хвостовые и промежуточные примеси, в жидком виде поступает в ректификационную колонну. В аппарате этого типа устранена возможность попадания частиц бражки в ректификационную колонну, это обеспечивает высокое качество ректификата, однако расход тепла в аппаратах этого типа более высок, чем в аппаратах первого типа.

Так как в аппаратах полупрямого типа в ректификационную колонну поступает жидкий эюрат, то их можно рассматривать как комбинацию брагоперегонного аппарата и ректификационного аппарата непрерывного действия. В качестве ректификационного аппарата при этом может быть взят аппарат любого типа. На рис. XII—1, Б изображена схема аппарата, в котором скомбинирована бражная колонна с двухколонным ректификационным аппаратом. Такого рода трехколонные аппараты получили широкое распространение, так как они просты по устройству, экономичны в отношении расхода тепла, дают стандартный ректификат и концентрированные отходы.

В аппаратах косвенного действия (см. рис. XII—1, В) водно-спиртовые пары, поднимающиеся из бражной колонны, полностью конденсируются в бражном конденсаторе и в жидком виде поступают на эюрацию. Аппарат этого типа обеспечивает высокое качество продукта. За последние годы на ряде спиртовых заводов установлены аппараты косвенного действия. Этот тип аппаратов принят в Советском Союзе как основной тип брагоректификационного аппарата.

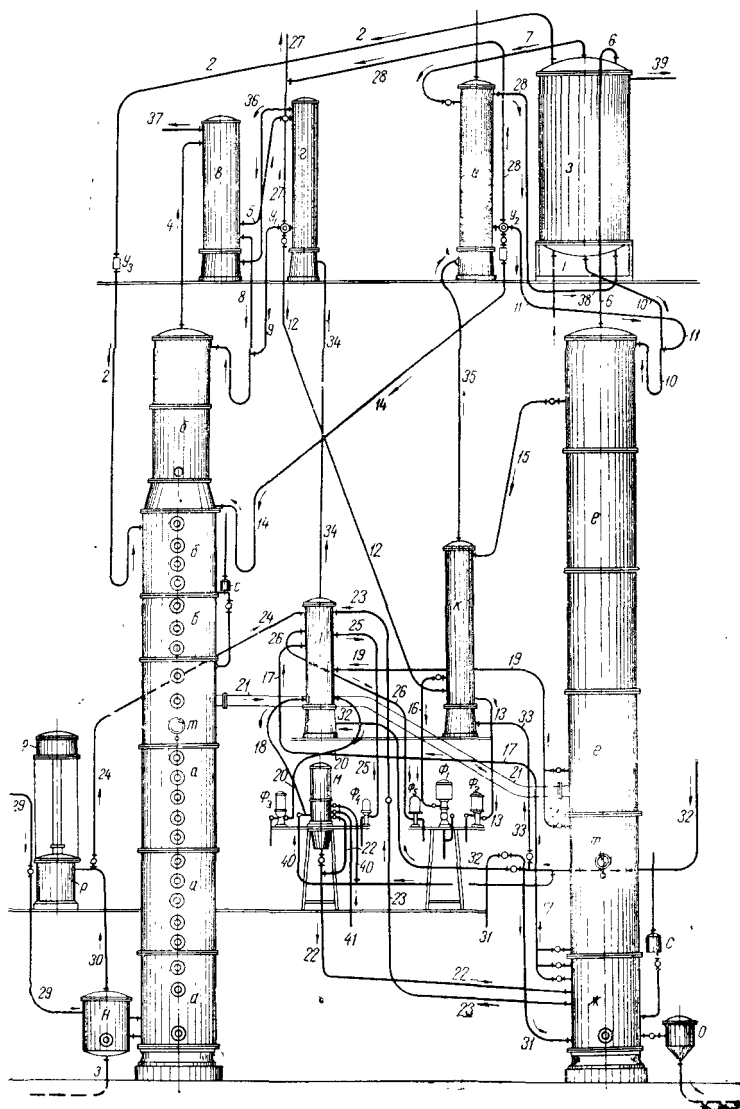
§ 2. БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ ПРЯМОГО ДЕЙСТВИЯ

На рис. XII—2 изображена схема трехколонного брагоректификационного аппарата прямого действия.

Аппарат состоит из бражной колонны *а*, эюрационной *б* и ректификационной *в*. Эюрационная колонна установлена непосредственно на бражной колонне.

Бражка по трубе 1 поступает в дефлегматор ректификационной колонны *в*, где нагревается водно-спиртовыми парами, и по трубе 2 поступает в среднюю часть эюрационной колонны.

Таким образом, в этом аппарате эюрации подвергается бражка, т. е. слабый водно-спиртовой раствор. Истощающая часть эюрационной колонны имеет 7—8 тарелок. Так как эюрации подвергается водно-спиртовой раствор концентрации не более 10⁰/₁₀ об., то такого количества тарелок достаточно для выварки головных и части промежуточных примесей. Укрепляющая часть эюрационной колонны концентрирует их и за-



держивает хвостовые примеси, уходящие в бражную колонну *a*.

Из выварной камеры эюрационной колонны бражка-эюрат поступает по длинной сливной трубе на верхнюю тарелку бражной колонны *a*.

На тарелках бражной колонны (12—14 тарелок) вываривается спирт и хвостовые примеси. Барда уходит через бардяной регулятор *n*, а пары, поднимаясь в бражной колонне, раз-

Рис. XII-2. Трехколонный непрерывно действующий брагоректификационный аппарат прямого действия:

a — бражная колонна, *б* — эюрационная колонна, *в* — дефлегматор эюрационной колонны, *г* — конденсатор эюрационной колонны, *д*, *е* — концентрационная часть ректификационной колонны, *ж* — выварная часть ректификационной колонны, *з* — дефлегматор ректификационной колонны *е—ж*, *и* — конденсатор ректификационной колонны *е—ж*, *к* — холодильник для ректификата I сорта, *л* — холодильник для сивушного спирта, сивушного масла и пробных конденсатов, *м* — маслоотделитель, *н* — регулятор барды, *о* — автомат для отвода лютерной воды, *р* — паровой регулятор, *с* — водяные манометры (указатели давления) эюрационной *б* и ректификационной *е—ж* колонн, *т* — термометры, *у*₁ — фонарь-делитель для конденсатора *г* эюрационной колонны *б*, *у*₂ — фонарь-делитель для конденсатора *и* ректификационной колонны *е—ж*, *у*₃ — фонарь для наблюдения за бражкой, поступающей в бражную колонну *a*, *ф*₁ — фонарь для спирта-ректификата I сорта, *ф*₂ — фонарь для эфиров и альдегидов, *ф*₃ — фонарь для крепкого сивушного спирта, *ф*₄ — фонарь для конденсата бражной колонны *a*, *ф*₅ — фонарь для конденсата ректификационной колонны *е—ж*; 1 — бражная труба от бражного насоса в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е—ж*, 2 — бражная труба из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж*, 3 — труба для отвода барды из регулятора барды *n*, 4 — труба спиртового пара из эюрационной колонны *б* в дефлегматор *в*, 5 — труба спиртового пара из дефлегматора *в* в конденсатор *г*, 6 — труба спиртового пара из ректификационной колонны *е—ж* в дефлегматор *з*, 7 — труба спиртового пара из дефлегматора *з* в конденсатор *и*, 8 — труба, отводящая погон из дефлегматора *в* в эюрационную колонну *б*, 9 — труба, отводящая излишек погона в эюрационную колонну *б* через трубу из фонаря-делителя *у*₂ после отбора эфиров, 10 — труба, отводящая погон из дефлегматора *з* в ректификационную колонну *е—ж*, 11 — труба, отводящая излишек погона в ректификационную колонну *е—ж* через трубу 10 из фонаря-делителя *у*₂ после отбора нестандартного спирта в эюрационную колонну, 12 — труба, отводящая из фонаря-делителя *у*₁ эфиры в холодильник *к*, 13 — труба, отводящая эфиры из холодильника *к* в фонарь *ф*₂, 14 — труба, отводящая нестандартный спирт из фонаря-делителя *у*₂ в эюрационную колонну *б*, 15 — труба, отводящая спирт-ректификат I сорта из ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *к*, 16 — труба, отводящая спирт-ректификат I сорта из холодильника *к* в фонарь *ф*₁, 17 — труба, отводящая спиртовой пар, содержащий много сивушного масла, в холодильник *л*, 18 — труба, отводящая из холодильника *л* спиртовую жидкость с сивушным маслом в маслоотделитель *м*, 19 — труба, отводящая пары крепкого сивушного спирта из ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *л*, 20 — труба, отводящая крепкий сивушный спирт из холодильника *л* в фонарь *ф*₃, 21 — труба, отводящая эюрированный спиртовой пар из бражной колонны *a* в ректификационную колонну *е—ж*, 22 — труба, отводящая спиртовую жидкость из маслоотделителя *м* обратно в выварную часть *ж* ректификационной колонны *е—ж*, 23 — труба, отводящая пар с нижней тарелки выварной части *ж* ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *л*, 24 — труба, отводящая пар из регулятора барды *n* в холодильник *л*, 25 — труба, отводящая конденсат, образовавшийся от охлаждения пара лютерной воды, из холодильника *л* в фонарь *ф*₄ для определения потерь спирта в лютерной воде, 26 — труба, отводящая конденсат паров барды из холодильника *л* в фонарь *ф*₅, 27 — труба, отводящая воздух и нестивившиеся газы из фонаря-делителя *у*₁ в конденсатор *г*, 28 — труба, отводящая воздух и нестивившиеся газы из фонаря-делителя *у*₂ в конденсатор *и*, 29 — труба, подводящая пар от регулирующего клапана парового регулятора *р* в выварную камеру бражной колонны *a*, 30 — труба, передающая давление в регулятор пара *р* из регулятора барды *n*, 31 — труба, подводящая пар для обогрева ректификационной колонны *е—ж*, 32 — магистральный трубопровод, вводящий воду в холодильник *л*, 33 — труба, подводящая воду в холодильник *к* от магистрального трубопровода 32, 34 — труба, подводящая воду из холодильника *л* в конденсатор *г* эюрационной колонны *б*, 35 — труба, подводящая воду из холодильника *к* в конденсатор *и* ректификационной колонны *е—ж*, 36 — труба, передающая воду из конденсатора *г* в дефлегматор *з* эюрационной колонны *б*, 37 — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *в* эюрационной колонны *б*, 38 — труба, передающая воду из конденсатора *и* в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е—ж*, 39 — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж*, 40 — труба, подводящая воду в маслоотделитель *м* от магистрального трубопровода воды, 32, 41 — труба, отводящая сивушное масло из маслоотделителя *м*.

деляются в верхней части ее на два потока. Основной поток по трубе 21 направляется в ректификационную колонну *e*, а небольшая часть паров поступает по внутренней трубе в выварную камеру элюрационной колонны. Эта труба снабжена дроссельным клапаном, ручка которого выведена из колонны через уплотняющий сальник. Поворотом ручки можно регулировать поток пара.

Элюрированный пар, поступающий в ректификационную колонну, делит ее в месте поступления на две части: укрепляющую и истощающую.

Так как ректификационная колонна питается паром, то назначение ее истощающей части заключается только в вываривании флегмы, стекающей из укрепляющей части колонны. Поэтому расход пара на ректификационную колонну невелик.

Дефлегматор ректификационной колонны *з* охлаждается бражкой, поступающей в змеевик дефлегматора. Кроме того, поверхность охлаждения дефлегматора охлаждается водой. Установлено, что получаемый с трехколонного аппарата прямого действия спирт-ректификат иногда обладает плохим вкусом и запахом [1]. По-видимому, причиной этого является унос части бражки в ректификационную колонну, а также недостаточная сепарация углекислого газа из бражки. Углекислота, поднимаясь в ректификационном аппарате, увлекает пары сивушного масла, которые проникают в зону пастеризованного спирта, сообщая ему неприятный запах и вкус.

Особенно трудно в этом аппарате получить хороший ректификат при перегонке мелассных, сильно пенящихся бражек.

Пропускная способность аппарата по бражке значительно меньше, чем в брагоперегонном аппарате, так как форсировка работы аппарата приводит к уносу частиц бражки в ректификационную колонну.

Несмотря на отмеченный недостаток, помешавший распространению аппарата прямого действия, этот тип аппарата имеет два несомненных достоинства: расходует мало пара и проводит элюрацию при малом содержании спирта.

Расход пара в этом аппарате, по данным Гладилина [2], предлагаемым им для ориентировочных подсчетов, составляет до 28 кг на 1 дал спирта при крепости бражки 8% об. Соответственно расход пара для аппаратов полупрямого действия этим же автором указывается равным 38—42 кг/дал. Следовательно, расход пара на аппарат прямого типа почти в полтора раза меньше. С другой стороны, элюрация при низкой концентрации спирта обеспечивает удаление в э. а. ф. не только головных, но и значительной части промежуточных и даже хвостовых примесей, которые при низких концентрациях этанола имеют коэффициенты ректификации больше единицы [3, 4]; исключение

составляет метанол, коэффициент ректификации которого меньше единицы даже при концентрации этанола в растворе 5% об.

Эти достоинства аппарата прямого действия использованы в схеме двухпоточного брагоректификационного аппарата, разработанного сотрудниками Института ферментной и спиртовой промышленности совместно с сотрудниками Гипроспиртвино. Госкомитета по пищевой промышленности и Липецкого спиртового завода.

При составлении схемы двухпоточного аппарата [5] была поставлена задача — создать брагоректификационный аппарат, который обеспечил бы получение высококачественного спирта-ректификата при переработке всех видов сырья, в том числе и острodefектного.

При этом ставилось также условие — сохранить высокий выход ректификата при малом расходе пара и воды.

Схема двухпоточного аппарата представлена на рис. XII—3.

Аппарат имеет 5 колонн: элюационную для бражки 5, бражную 6, элюационную 12, первую ректификационную 8, вторую ректификационную 13.

Бражка насосом 1 подается в подогреватель 2, обогреваемый паром из первой ректификационной колонны 8. Бражка подогревается здесь до 75—77° С.

Подогретая бражка через сепаратор углекислоты 3 поступает на верхнюю тарелку бражной элюационной колонны 5. Здесь из бражки выделяются примеси спирта. При низкой концентрации спирта в бражке практически здесь выделяются почти все примеси. Освобожденная от примесей бражка поступает в бражную колонну 16. В этой колонне вываривается спирт, который через сепаратор 7 направляется в виде паров в первую ректификационную колонну 8. В этой колонне отбирается целевой продукт, который поступает в жидком виде в холодильник 9, сивушное масло и сивушный спирт.

Описанный поток является основным и составляет 85—60% от общего массопотока.

Второй поток представлен следующим образом. Погон спирта вместе с примесями, выделенными при элюации бражки, поступает в дефлегматор 10 и конденсатор 11. Отсюда водно-спиртовой конденсат направляется в элюационную колонну 12. Элюат из этой колонны поступает на питающую тарелку второй ректификационной колонны 13. В этой колонне также отбирается целевой продукт, сивушный спирт и сивушное масло. Второй поток составляет 15—40% от общего потока.

Э. а. ф. отбирается из конденсатора 17 элюационной колонны 12.

Таким образом, в схеме двухпоточного аппарата происходит двойная элюация, при этом первая элюация проводится при низкой концентрации этанола, когда почти все примеси спирта

имеют головной характер, обладая коэффициентами ректификации, большими единицы. Кроме того, вследствие уменьшения жидкого потока в элюационной колонне расход пара в ней, отнесенный к единице продукта, повышенный, что ведет к лучшему выделению примесей.

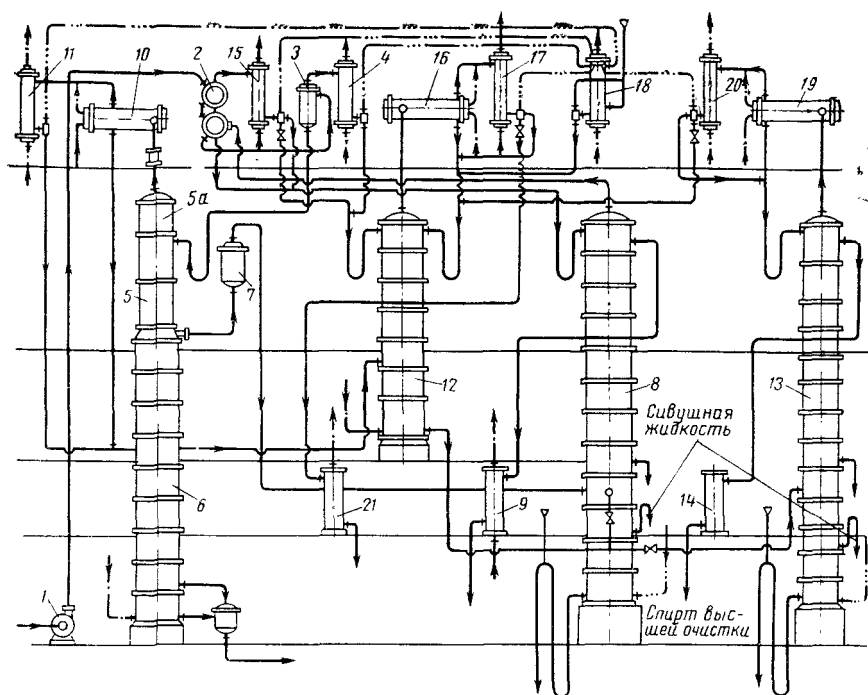


Рис. XII-3. Схема двухпоточного брагоректификационного аппарата:

1 — бражной насос, 2 — дефлегматор-брагонагреватель, 3 — separator углекислого газа, 4 — конденсатор, 5 — очищающая часть бражной колонны, 5а — separator, 6 — выварная часть бражной колонны, 7 — пеноловушка, 8 — первая ректификационная колонна, 9 — холодильник, 10 — дефлегматор бражной колонны, 11 — конденсатор, 12 — элюационная колонна, 13 — вторая ректификационная колонна, 14 — холодильник, 15 — конденсатор первой ректификационной колонны, 16 — дефлегматор элюационной колонны, 17 — конденсатор, 18 — спиртовловушка, 19 — дефлегматор второй ректификационной колонны, 20 — конденсатор, 21 — холодильник эфира-альдегидной фракции.

Расход пара в этой колонне найден равным 45 кг на 1 дал безводного спирта при получении спирта высшей очистки [57].

Экономия в расходе пара на аппарате обеспечивается за счет использования тепла водно-спиртовых паров выварной части бражной колонны.

Для характеристики работы двухпоточного аппарата приведем анализ некоторых продуктов и полупродуктов, получаемых на этом аппарате (табл. XII—1).

Аналитические показатели продуктов и полупродуктов, полученных на двухпоточном аппарате

Показатели	Э. а. ф.	Эпюраг	Спирт-ректификат	
			первая колонна (70%)	вторая колонна (30%)
Крепость, % об.	95	40	96,3	96,2
Кислоты, мг/л	310	30	12	15
Эфиры, мг/л	24 000	40	22	26
Альдегиды, % об.	1,8—2,0	Нет	Нет	Нет
Сивушное масло, % об.	—	0,35	»	0,00025
Метанол, % об.	0,5—1,5	Нет	»	Нет
Проба на окисляемость, мин	—	—	45	40

Следует остановиться также на интересном предложении П. С. Цыганкова, премированном на Всесоюзном конкурсе 1963 г., но, к сожалению, не получившем еще практического применения. Автор этого предложения поставил задачу — создать аппарат для выработки спирта высокого качества при минимуме расхода пара.

На рис. XII—4 представлен один из вариантов предложенной схемы. Брагоректификационный аппарат имеет три колонны: эпюрационную 6, брагоректификационную 5 и окончательной очистки 4.

Бражка, нагретая до 70—72°С в дефлегматоре брагоректификационной колонны, поступает в бражную колонну, проходя через сепаратор углекислоты. В эпюрационной колонне происходит эпюрация бражки и выделяется эфиральдегидная фракция. Эта колонна обогревается парами, поступающими из брагоректификационной колонны. Эпюрированная бражка поступает в выварную часть брагоректификационной колонны. Барда и лютер выводятся совместно в нижнюю часть этой колон-

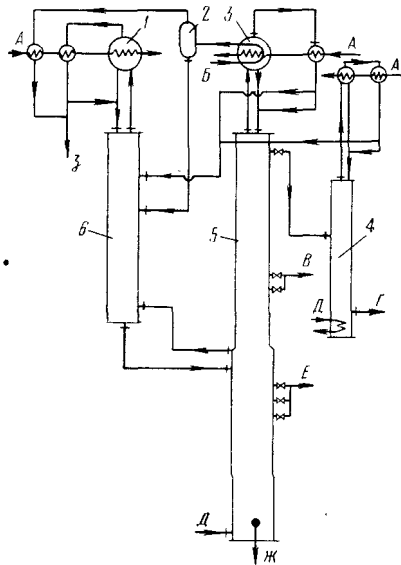


Рис. XII-4. Технологическая схема брагоректификационного аппарата (1-й вариант):

1 — дефлегматор эпюрационной колонны, 2 — сепаратор углекислоты, 3 — дефлегматор, 4 — колонна окончательной очистки, 5 — брагоректификационная колонна, 6 — эпюрационная колонна; А — вода, Б — бражка, В — сивушный спирт, Г — спирт-ректификат, Д — греющий пар, Е — сивушное масло, Ж — барда, З — эфиральдегидная фракция.

ны. Колонна окончательной очистки 4 служит для выделения головных продуктов и нагревается через поверхность нагрева.

Во Франции при переработке на спирт свеклы также применяются аппараты прямого действия. На рис. XII—5 представлена схема такого аппарата [6].

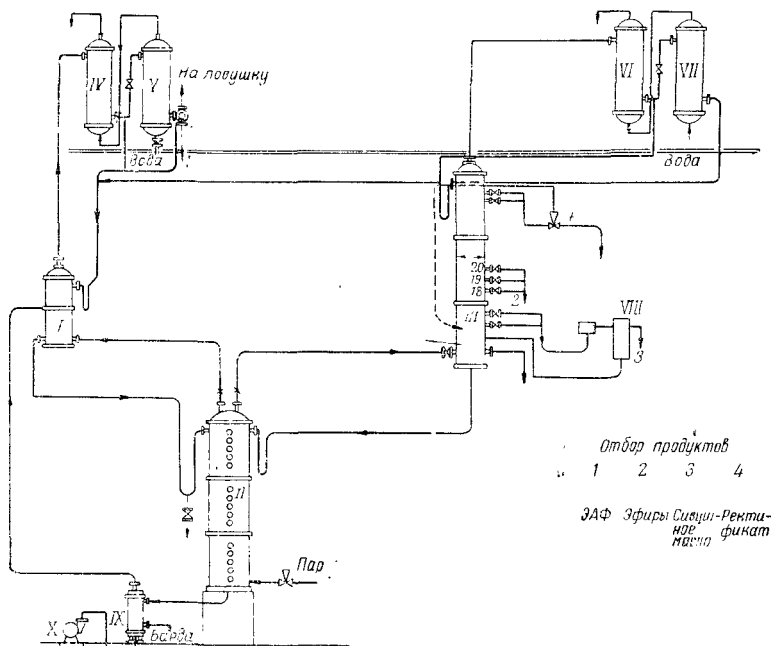


Рис. XII-5. Французский аппарат с эвпорацией бражки:

I — эвпорационная колонна для бражки, *II* — бражная колонна, *III* — ректификационная колонна, *IV* — дефлегматор эвпорационной колонны, *V* — конденсатор эвпорационной колонны, *VI* — дефлегматор ректификационной колонны, *VII* — конденсатор ректификационной колонны, *VIII* — узел маслоотделения, *IX* — подогреватель бражки, *X* — бражной насос.

Эвпорационная колонна *I* этого аппарата имеет 27 тарелок, из них 12 — укрепляющих. Бражная колонна *II* имеет 22 тарелки и ректификационная — 58. Все тарелки многоколпачкового типа.

Сброженный диффузионный сок при крепости 7,5% об. подогревается теплом отходящей барды и при температуре 85° С поступает на эвпорацию. Освобожденная от головных (и, вероятно, части промежуточных) примесей бражка поступает на верхнюю тарелку бражной колонны. Пары из бражной колонны направляются в основном в ректификационную колонну, а часть их поступает для обогрева эвпорационной колонны. В ректи-

фикационной колонне, кроме сивушного масла, отбираются промежуточные продукты в количестве 2%.

Расход пара на аппарат составляет 30—36 кг/дал спирта.

На некоторых французских заводах применяется также двойная эюрация: сначала эюрируется бражка, а затем спирт-ректификат, разбавленный до 30% об.

Из изложенного ясно, что аппараты прямого действия, считавшиеся ранее бесперспективными для получения спирта высшей очистки, при соответствующей реконструкции могут дать хорошую продукцию при малом расходе пара.

§ 3. БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ ПОЛУПРЯМОГО ДЕЙСТВИЯ

Недостатки в работе аппаратов прямого действия, отмеченные в § 2 [1], вызвали необходимость переоборудования этих аппаратов. Эта работа была проведена Н. И. Гладилиным, который разработал оригинальный тип аппарата полупрямого действия. Этот аппарат до 1946 г. был основным типом брагоректификационного аппарата на заводах Советского Союза.

На рис. XII—6 представлена монтажная схема аппарата конструкции Н. И. Гладилина с подробной спецификацией приборов, труб и арматуры, составленной его автором.

Аппарат Гладилина имеет три колонны: бражную *a*, эюрационную, которая состоит из укрепляющей *b* и истошающей части *б*, ректификационную, которая состоит из укрепляющей *з* и истошающей *ж* колонны.

Эюрационная колонна, стоящая непосредственно на бражной колонне, отделена от нее глухим днищем. Бражная колонна имеет 15—16 тарелок двойного или одинарного кипячения. Верхняя царга бражной колонны имеет особое устройство в виде жалюзи (см. рис. XII—6) для отделения от паров увлеченных ими частиц бражки.

Кроме этой предварительной очистки от унесенных частиц жидкости, пары подвергаются сепарации в ловушке *г*.

Освобожденные от примесей пары поступают на эюрацию.

Таким образом, в аппарате Гладилина эюрации подвергаются пары сырца, содержащие все примеси, кроме тех, которые уйдут с бардой. Эюрационная колонна имеет 10 многоколпачковых тарелок в укрепляющей части и 14 тарелок в истошающей.

Дефлегматор эюрационной колонны установлен непосредственно на эюрационной колонне и имеет равный с ней внешний диаметр. Дефлегматор этой колонны так же, как и ректификационной, имеет комбинированное охлаждение водой и бражкой. При этом бражка протекает в змеевиках, а трубчатая часть дефлегматора охлаждается водой. Бражка поступает в змеевик сверху. Змеевик расположен в кольцевом проходе,

по которому поднимается пар из колонны. Из кольцевого прохода пар по щелям идет в межтрубное пространство трубчатки. В трубках протекает охлаждающая вода. Укрепленный пар уходит из межтрубного пространства по трубе, опущенной внутрь трубчатки. Охлаждающая вода делает в трубчатке два хода. По центральным трубкам она опускается вниз, а по периферийным поднимается вверх.

Так как количество э. а. ф. невелико, то в этом аппарате почти весь паровой поток конденсируется в дефлегматоре d и в виде жидкости направляется в колонну. Тепло конденсирующихся паров передается бражке. В истощающую часть колонны для выварки головных продуктов вводится открытый пар, который поступает из выварной камеры ректификационной колонны. Это дает возможность не устанавливать особого парового регулятора и уравнивает давление в элюрационной и ректификационной колоннах, что обеспечивает сток элюрата самоходом.

Таким образом, ректификационная колонна аппарата Гладилина питается жидким элюратом, который поступает на 16-ую (снизу) тарелку. Следовательно, истощающая часть этой колонны имеет 16 тарелок, а укрепляющая — 50.

В ректификационной колонне отбираются: сивушное масло в виде пара с 4-й, 6-й и 8-й тарелок колонны истощения (считая снизу), сивушный спирт (также в виде пара) со 2-й тарелки укрепляющей части и с 11-й и 13-й тарелок истощающей части.

Ректификат отбирается с 5-й, 7-й и 9-й тарелок (считая сверху) укрепляющей части колонны в жидком виде.

В табл. XII—2 приведены основные технические данные брагоректификационного аппарата Гладилина.

Общая масса аппарата составляет 50,2 т при производительности 130 дал/ч и 20,5 т при производительности 70 дал/ч. Расход пара 36 кг/дал безводного спирта, а воды 200 л/дал.

Аппарат полупрямого действия с тремя колоннами является основным представителем аппаратов этого типа. Встречаются также аппараты полупрямого действия с четырьмя и пятью колоннами. В четырехколонном аппарате имеются 4 колонны: бражная, элюрационная, ректификационная и сивушная. В пятиколонном аппарате к ним добавляется еще колонна окончательной очистки.

Брагоректификационные аппараты полупрямого действия дают высококачественный спирт при сравнительно небольшом расходе пара. Однако они имеют некоторые недостатки. Прежде всего наличие в бражке углекислоты препятствует нормальной работе колонны. Выделяясь при перегонке, углекислота тормозит перегонку и заставляет понижать производительность аппарата. Это становится особенно заметно при перегонке незрелых бражек.

Основные технические данные аппарата Гладиллина

Показатели аппарата	При производительности по спирту, дал/ч	
	130	70
Бражная колонна		
диаметр, м	2,4	1,5
высота без фундамента, м	5,88	5,88
общее число тарелок	10	15
Эпюрационная колонна		
диаметр, м	1,8	1,2
высота, м	6,0	5,13
общее число тарелок	24	24
Дефлегматор эпюрационной колонны		
диаметр, м	1,8	1,2
высота, м	2,9	2,9
поверхность охлаждения, м ²	86	43
Конденсатор эпюрационной колонны		
поверхность охлаждения, м ²	21,5	10,8
Ректификационная колонна		
диаметр, м	1,8	1,2
высота без фундамента, м	14,7	12,08
общее число тарелок	66	66
Дефлегматор ректификационной колонны		
диаметр, м	1,8	1,2
высота, м	2,9	2,9
поверхность охлаждения, м ²	96	48
Конденсатор ректификационной колонны		
поверхность охлаждения, м ²	24	12

Другой принципиальный недостаток этого типа аппаратов заключается в том, что бражная колонна связана с ректификационной, имеющей выше ввода паров 50 тарелок. В связи с этим требуется повышенное давление в бражной колонне, что при недостаточном давлении греющего пара также ведет к снижению производительности.

Эти недостатки полностью устранены в аппаратах косвенного (непрямого) действия.

§ 4. МАТЕРИАЛЬНЫЙ И ТЕПЛОВОЙ БАЛАНСЫ АППАРАТА ПОЛУПРЯМОГО ДЕЙСТВИЯ

Проведем составление материального и теплового балансов для конкретного случая.

Пример 16. Составить материальный и тепловой балансы брагоректификационного аппарата полупрямого действия при следующих данных. Плотность бражки 1,01 кг/л. Бражка нагрета перед поступлением в бражную

колонну до 70° С. Содержание алкоголя в бражке 7,5% мас. Крепость спирта-ректификата 95,5% об. Греющий пар имеет давление 1,3 бар.

Состав и выход продуктов на 100 кг алкоголя примем согласно табл. XII—3.

Таблица XII-3

Состав и выход продуктов ректификации

Продукт	Выход от общего количества алкоголя, %	Крепость, % мас.
Головные продукты	3	92,0
Сивушный спирт	1,0	80,0
Сивушное масло	0,4	86,0
Ректификат	95,0	93,2
Непастеризованный спирт	3	93,2
Потери	0,6	—

Бражная колонна. Бражка поступает на перегонку при температуре 70° С. При содержании алкоголя 7,5% мас. температура кипения ее равна 93° С. Следовательно, недогрев равен 93,0—70=23 град. Теплота недогрева $Q_n = 23 \cdot 0,94 \cdot 100 = 2170$ ккал на 100 кг бражки при удельной теплоемкости ее 0,94 ккал/(кг·град). Пользуясь графиком рис. VI—6, найдем крепость спирта на тарелке питания. Она равна 10% мас. Температура кипения этой жидкости равна 91,3° С.

Расход тепла на догревание 100 кг бражки составит

$$(91,3 - 70) 0,94 \cdot 100 = 2000 \text{ ккал.}$$

Расход тепла на выварку бражки найдем из следующих соображений. При содержании на тарелке питания 10% мас. алкоголя образующийся пар будет иметь крепость 52,2% мас. Следовательно, на каждый килограмм алкоголя будет испаряться 47,8 : 52,2 = 0,92 кг воды.

Принимая теплоту испарения спирта 210 ккал, а воды 540 ккал, найдем, что на испарение 7,5 кг спирта, приходящихся на 100 кг бражки и сопутствующей ему воды потребуется тепла

$$7,5 (210 + 540 \cdot 0,92) = 5300 \text{ ккал.}$$

Обезалкоголенная бражка — барда — уходит при температуре 102° С. Мы же учитывали нагрев бражки только до 91,3° С. Следовательно, на нагрев барды должно быть затрачено тепла:

$$[100 - 7,5 (1 + 0,92)] 0,94 (102 - 91,3) = 860 \text{ ккал.}$$

Потерю тепла в окружающее пространство примем равной 200 ккал на 100 кг бражки. Отсюда общий расход пара на 100 кг бражки составит

$$2000 + 5300 + 860 + 200 = 8360 \text{ ккал.}$$

Примем избыток расхода пара в 10%. Тогда расход тепла будет 9196 ккал, а расход пара

$$\frac{9196}{642 - 102} = 17,4 \text{ кг на 100 кг бражки,}$$

$$\text{или } \frac{17,4}{7,5} 100 = 232 \text{ кг на 100 кг безводного спирта.}$$

Эпюрационная колонна. В эпюрационную колонну поступает пар в количестве $7,5(1+0,92) = 14,4$ кг на каждые 100 кг бражки.

Расход пара при получении спирта-ректификата примем равным 4 кг на 1 дал безводного спирта, поступающего на эпюрацию, или около 0,5 кг/кг безводного спирта [7]. Составим материальный баланс эпюрационной колонны, ведя расчет на 100 кг безводного спирта, поступающего на эпюрацию (см. табл. XII—4).

Таблица XII-4

Материальный баланс эпюрационной колонны

Продукт	Содержание, кг		
	спирта	воды	всего
Приход			
Спиртовые пары из бражной колонны крепостью 52,2% мас.	100,0	92,0	192,0
Непастеризованный спирт из конденсатора ректификационной колонны (3% от общего количества спирта). Принимаем, что весь непастеризованный спирт возвращается в эпюрационную колонну	3,0	0,22	3,22
Греющий пар	—	50,0	50,0
Итого . . .	103,0	142,22	245,22
Расход			
Головные продукты	3	0,26	3,26
Эпюрат, отводимый на ректификационную колонну (по разности)	$103 - 3 = 100$	$142,22 - 0,26 = 141,96$	241,96

Крепость эпюрата будет равна $\frac{100,0}{241,96} 100 = 41,4\%$ мас. Температура кипения его $82,8^\circ \text{C}$.

Для составления материального и теплового баланса ректификационной колонны необходимо задаться флегмовым числом. Примем флегмовое число равным 3,5.

В ректификационную колонну поступают эпюрат, жидкая флегма из дефлегматора, промывная вода из маслопромывателя для сивушного масла. Сивушное масло отбирается в паровой фазе.

В этих парах содержится 20% сивушного масла, 50% воды; прочие 30% приходятся на этиловый спирт. Таким образом, из колонны с сивушным маслом уходит $\frac{0,4 \cdot 100}{20} = 2$ кг пара, содержащего 0,4 кг сивушного масла. 1 кг воды и 0,6 кг спирта. Примем, что весь спирт возвращается в колонну при крепости промывной воды 20% об. Тогда количество воды составит

$$\frac{0,6 \cdot 100}{20} = 3 \text{ кг.}$$

На основании этого приблизительного расчета составим таблицы материального и теплового баланса ректификационной колонны (табл. XII—5 и XII—6).

Т а б л и ц а XII-5

Материальный баланс ректификационной колонны

Продукт	Крепость, % мас.	Содержание, кг		
		спирта	воды	всего
П р и х о д				
Эпюрат из эпорационной колонны	41,4	100	141,96	241,96
Флегма (Ф) в жидком виде	93,2	$\Phi \cdot 93,2$	$\Phi \cdot 6,8$	Φ
Промывная вода из маслоотделителя	20,0	0,6	2,4	3,0
Греющий пар	—	—	G	G
Р а с х о д				
Спирт-ректификат	93,2	95,0	6,9	101,9
Непастеризованный спирт в эпорационную колонну	93,2	3,0	0,22	3,22
Сивушный спирт	80,0	1,0	0,25	1,25
Пары, содержащие сивушное масло	50,0	(0,4+0,6)	1,0	2,0
Флегма в парах	93,2	$\Phi \cdot 93,2$	$\Phi \cdot 6,8$	Φ
Конденсат греющего пара	—	—	G	G
Лютерная вода (без конденсата греющего пара) (241,96+3) — (101,9+3,22+1,25+2)	—	—	136,59	136,59

Количество флегмы $\Phi = vD$, где v — флегмовое число равно 3,5, а D равно сумме непастеризованного спирта и ректификата, т. е.

$$101,9 + 3,22 = 105,12 \text{ кг. Отсюда } \Phi = 3,5 \cdot 105,12 = 368 \text{ кг.}$$

Во флегме содержится спирта $\frac{368 \cdot 93,2}{100} = 343 \text{ кг}$ и воды 25 кг. На основе материального баланса ректификационной колонны составим ее тепловой баланс (табл. XII—6).

При составлении баланса использованы таблицы и графики гл. II для нахождения теплосодержания, температуры кипения и теплосодержания водно-спиртовых смесей.

Составим уравнения теплового баланса ректификационной колонны:

$$21 \cdot 100 + 23 \cdot 900 + 92,7 + 642G = 6650 + 210 + 418 + 918 + 103 \cdot 592 + G102 + 14 \cdot 000.$$

Отсюда находим $G \approx 150 \text{ кг}$.

Расход пара на покрытие потерь тепла в окружающее пространство прием равным 4 кг на 100 кг алкоголя в бражке. Тогда расход пара на ректификационную колонну составит 154 кг на 100 кг алкоголя в бражке.

Тепловой баланс ректификационной колонны

С каким продуктом приходит тепло	$c, \frac{\text{ккал}}{\text{кг} \times \text{град}}$	$t, ^\circ\text{C}$	$i, \frac{\text{ккал}}{\text{кг}}$	Расчет теплосодержания	Итого, ккал
Приход					
С элюратом	1,05	82,8	—	$Q=241,96 \cdot 1,05 \cdot 82,8$	21 100
С флегмой	0,83	78,3	—	$Q=368 \cdot 0,83 \cdot 78,3$	23 900
С промывной водой из си- вухотделителя	1,03	30,0	—	$Q=3 \cdot 1,03 \cdot 30$	92,7
С греющим паром	—	—	—	642 G	642 G
Расход					
Со спиртом-ректификатом	0,83	78,3	—	$Q=101,9 \cdot 0,83 \cdot 78,3$	6650]
С непастеризованным спир- том	0,83	78,3	—	$Q=3,22 \cdot 0,83 \cdot 78,3$	210
С сивушным спиртом	—	—	335	$Q=1,25 \cdot 335$	418
С парами, уносящими си- вухное масло	—	—	459	$Q=2 \cdot 459$	918
С парами флегмы	—	—	281,5	$Q=368 \cdot 281,5$	103 592
С конденсатом греющего пара	1	120,0	—	$Q=G \cdot 102,0$	102 G
С люгерной водой	1	102,0	—	$Q=136,59 \cdot 1 \cdot 102$	14 000

Общий расход пара на аппарат $G=232+59+154=436$ кг на 100 кг безводного спирта, поступающего в аппарат.

Определим расход пара на 1 дал спирта-ректификата крепостью 95,5% об. Согласно предыдущему, из 100 частей алкоголя, находящегося в бражке, в ректификат переходит 95 кг. Считая относительную плотность безводного спирта, равной 0,795, имеем объем безводного спирта в ректификате

$$\frac{100 \cdot 95}{0,795} = 119 \text{ л.}$$

Объем ректификата крепостью 95,5% об. будет равен $\frac{119 \cdot 100}{95,5} = 125 \text{ л.}$

Расход пара на 1 дал спирта будет равен $(436 : 125) 10 = 35$ кг, что довольно близко к найденному опытным путем.

§ 5. БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ КОСВЕННОГО (НЕПРЯМОГО) ДЕЙСТВИЯ

Как указывалось выше, аппараты этого типа имеют большие преимущества перед другими типами аппаратов. Они представляют собой комбинации бражной колонны, в которой получается слабоградусный спирт-сырец (бражной конденсат), и ректификационного аппарата с тем или иным числом колонн.

Аппарат этого типа позволяет получать спирт высшей очи-

етки при большой плотности орошения и малых потерях спирта.

Наиболее распространенным типом этого аппарата является трехколонный аппарат косвенного действия.

Трехколонный брагоректификационный аппарат косвенного действия Гипроспиртвино

На рис. XII—7 приведена монтажная схема брагоректификационного аппарата этого типа производительностью 2000 дал спирта в сутки.

Аппарат состоит из трех колонн: бражной 3, элюрационной 10 и ректификационной 13. Бражка насосом 1 подается в конденсатор бражных паров (бражной подогреватель) 5. Подогретая в нем за счет тепла конденсации бражных паров бражка поступает на сепаратор бражки 7, где из нее выделяются углекислота и часть головных продуктов.

Газы и пары направляются далее в конденсатор 8, где конденсируются головные продукты, и в сепаратор 16, где происходит окончательная конденсация паров, а газы удаляются через воздушник.

Освобожденная от газов бражка поступает на верхнюю тарелку бражной колонны 3. Бражная колонна имеет 23 тарелки двойного кипячения. Барда отводится из колонны через барданой регулятор 6.

Бражные пары проходят через ловушку 4, где освобождаются от увлеченных частиц жидкости, и поступают в бражной подогреватель 5. Бражной подогреватель (конденсатор бражных паров) имеет 3 барабана. Два нижних охлаждаются бражкой, верхний, меньшего размера, охлаждается водой. Из подогревателя несконденсировавшиеся пары поступают в дополнительный вертикальный конденсатор 9. Бражная колонна обогревается открытым паром, подача которого регулируется манометрическим паровым регулятором. Конденсат бражных паров из бражного подогревателя 5, бражного конденсатора 9, конденсатора 8 и спиртоловушки 16 направляется в общую магистраль, ведущую на 20-ю снизу тарелку элюрационной колонны.

Элюрационная колонна имеет 39 многоколпачковых тарелок, из них в истошающей части 20 и в укрепляющей — 19 тарелок.

Колонна обогревается паром из выварной камеры ректификационной колонны, но может питаться и непосредственно от паровой магистрали.

Элюрационная колонна имеет горизонтальный барабанный дефлегматор 11 и конденсатор 12, охлаждаемый водой. Из конденсатора 12 отбираются головные продукты, которые посту-

падают в холодильник 21, а отсюда — на фонарь 23. На 23-ю (снизу) тарелку элюационной колонны может быть введена лютерная вода.

С 21-й, 22-й и 23-й (снизу) тарелок предусмотрена возможность отбора сивушного масла, направляемого в холодильник 22 и далее в маслоотделитель.

Элюат из элюационной колонны самотеком поступает на тарелку 24 (снизу) ректификационной колонны 13.

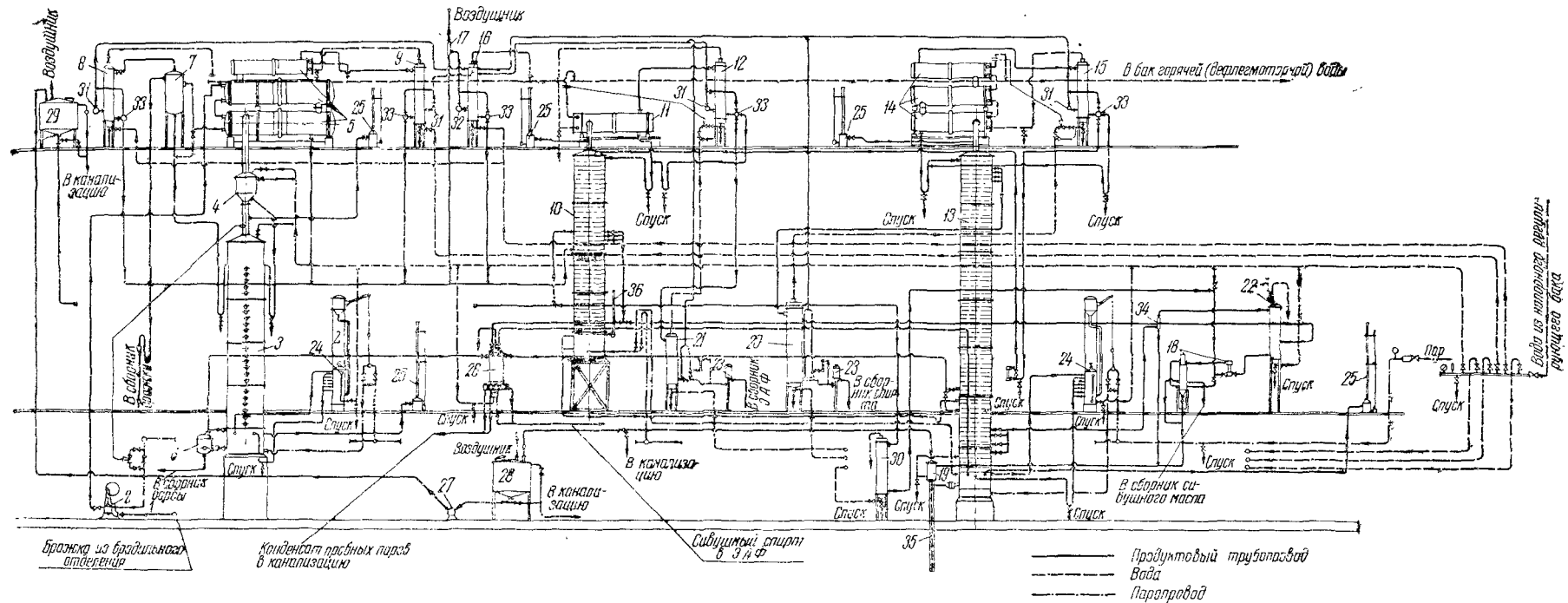


Рис. XII-7. Брагоректификационный аппарат косвенного действия Гипроспиртвино производительностью 2000 дал спирта в сутки:

1 — трубопровод для бражки из бродильного отделения; 2 — насос для бражки, 3 — бражная колонна, 4 — ловушка бражной колонны, 5 — бражной подогреватель, 6 — бардяной регулятор, 7 — сепаратор бражки, 8 — конденсатор к сепаратору бражки, 9 — конденсатор бражной колонны, 10 — элюационная колонна, 11 — дефлегматор элюационной колонны, 12 — конденсатор элюационной колонны, 13 — ректификационная колонна, 14 — дефлегматор ректификационной колонны, 15 — конденсатор ректификационной колонны, 16 — спирголовушка, 17 — сепаратор газовой линии, 18 — маслоотделитель, 19 — подогреватель промывных вод, 20 — холодильник ректификата, 21 — холодильник головных фракций, 22 — холодильник концевых фракций, 23 — эпруvette, 24 — паровой регулятор, 25 — вакуум-прерыватель, 26 — пробный холодильник, 27 — насос для лютерной воды, 28 — сборник лютерной воды, 29 — напорный сборник лютерной воды, 30 — холодильник лютерной воды, 31, 32 — газотводчики, 33 — смотровые фонари, 34 — отделитель паров сивушного масла, 35 — гидравлический затвор, 36 — водяной манометр.

Зак. 122

что позволяет получать точные продукты.

стки при большой плотности орошения и малых потерях спирта.

Наиболее распространенным типом этого аппарата является трехколонный аппарат косвенного действия.

Трехколонный аппарат

от паровой магистрали.

Эпюрационная колонна имеет горизонтальный дефлегматор 11 и конденсатор 12, охлаждаемый водой. Из конденсатора 12 отбираются головные продукты, которые посту-

пают в холодильник 21, а отсюда — на фонарь 23. На 23-ю (снизу) тарелку эюорационной колонны может быть введена лютерная вода.

С 21-й, 22-й и 23-й (снизу) тарелок предусмотрена возможность отбора сивушного масла, направляемого в холодильник 22 и далее в маслоотделитель.

Эюорат из эюорационной колонны самотеком поступает на 16-ю тарелку (снизу) ректификационной колонны 13.

Ректификационная колонна имеет 70 многоколпачковых тарелок, из них в истощающей части 16 и в укрепляющей — 54. Колонна имеет трехбарабанный горизонтальный дефлегматор 14 с водяным охлаждением, вертикальный трубчатый конденсатор 15.

Ректификат отбирается в жидком виде с 3-й, 4-й, 5-й и 6-й тарелок (считая сверху) и поступает в холодильник 20, а из него — на фонарь 23.

Непастеризованный спирт из конденсатора 15 направляется частично обратно на верхнюю тарелку ректификационной колонны, а частично поступает на верхнюю тарелку эюорационной колонны.

Сивушные пары отбираются с 5-й, 7-й, 9-й и 10-й тарелок (снизу) и направляются в конденсатор-холодильник 22. Далее конденсат направляется в маслоотделитель 18.

Промывные воды подогреваются в подогревателе 19 лютерной водой и поступают в ректификационную колонну на 4-ю тарелку снизу.

Сивушный спирт отбирается с 14-й и 18-й тарелок (снизу) и направляется в холодильник 26. Конденсат сивушного спирта смешивается с э. а. ф.

Лютер из ректификационной колонны проходит через холодильник 30 и поступает в сборник 28, откуда насосом 27 подается в напорный резервуар 29.

С целью улучшения качества спирта, получаемого на аппаратах косвенного действия, предложен ряд видоизменений и усложнений их технологической схемы. На рис. XII—8 приведена схема, предложенная П. С. Цыганковым [8]. Схема предусматривает повышенный отбор продуктов, обогащенных примесями, и выведения их из цикла ректификации. Эти продукты поступают в дополнительные эюорационную и ректификационную колонны, где выделяется спирт-ректификат, эфирно-альдегидная фракция и сивушное масло. По существу это также двухпоточная схема, но только привязанная к аппарату косвенного действия.

Особенностью предлагаемой схемы является также отсутствие в первой эюорационной колонне укрепляющих тарелок, что позволяет отбирать на ней как головные, так и промежуточные продукты.

Чешский брагоректификационный аппарат двойной эюрации

Интересный вариант аппарата косвенного действия представляет брагоректификационный аппарат по проекту инж. Е. Грегора.

Схема этого аппарата представлена на рис. XII—9. Аппарат имеет 5 колонн: эюрационную колонну A_1 для выделения головных примесей из бражки, бражную колонну A , колонну для

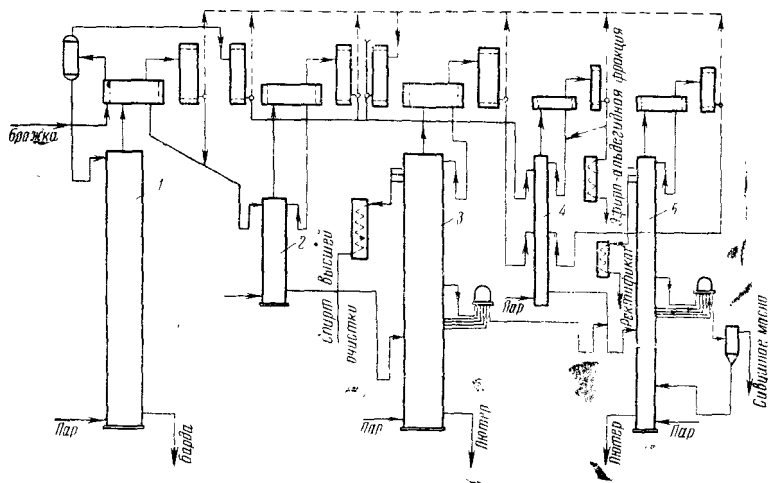


Рис. XII-8. Схема аппарата для выработки спирта высшей очистки: 1 — бражная колонна, 2 — эюрационная колонна, 3 — ректификационная колонна, 4 — дополнительная эюрационная колонна, 5 — дополнительная ректификационная колонна.

вторичной эюрации C , ректификационную колонну B и пастеризационную колонну D .

Работа аппарата протекает следующим образом. Бражка, подогретая вначале в дефлегматоре ректификационной колонны, а затем в подогревателе E' , обогреваемом бражными парами, поступает при температуре $\sim 90^\circ\text{C}$ на верхнюю тарелку эюрационной колонны A_1 . В этот подогреватель поступает примерно $\frac{2}{3}$ бражных паров из колонны A , а $\frac{1}{3}$ их поступает в эюрационную колонну A_1 . Освобожденная от головных примесей бражка поступает из колонны A_1 в бражную колонну A , обогреваемую глухим паром. Эюрационная колонна A_1 имеет 8 тарелок, а бражная — 15.

Конденсат из подогревателя бражки E' поступает в ректификационную колонну B . По существу он представляет собой эюрат. Головные продукты из дефлегматора G и конденсатора G_1 поступают на вторичную эюрацию в колонну C . Эюрационная колонна C служит для окончательного выделения головных продуктов и имеет 18 тарелок в укрепляющей и 15 —

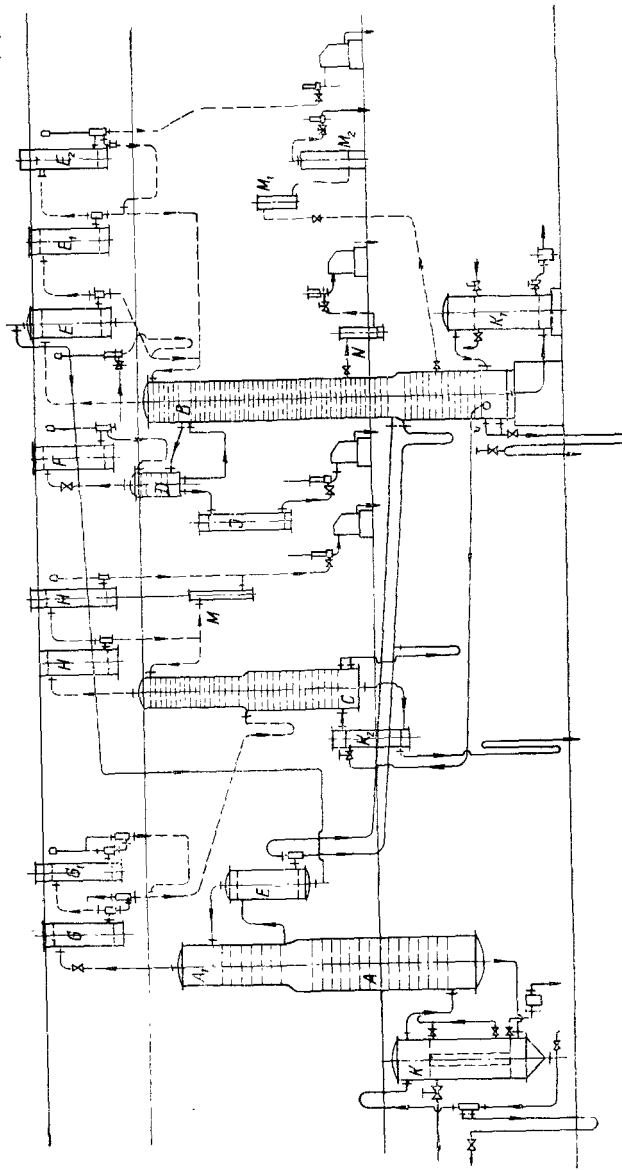


Рис. XII-9. Аппарат косвенного действия с двойной эспирацией.

A_1 — эспирационная колонна для бражки, A — бражная колонна, C — эспирационная колонна для вторичной эспирации, B — ректификационная колонна, D — пастеризационная колонна, E — подогреватель бражки, E_1 — дефлегматор эспирационной колонны C , E_2 — дефлегматор эспирационной колонны A , F — конденсатор ректификационной колонны, H — дефлегматор эспирационной колонны A , G — конденсатор эспирационной колонны C , G_1 — конденсатор эспирационной колонны A , K — кипятильник колонны B , K_1 , K_2 — кипятильник головных продуктов, I — холодильник ректификации, F — дефлегматор пастеризационной колонны, M_1 — холодильник сызшего масла, M_2 — маслоотделитель, N — холодильник промежуточных продуктов.

в истощающей части. Она обогревается глухим паром, поступающим из выварной камеры ректификационной колонны; нижний продукт ее направляется в ректификационную колонну *B*, а верхний отбирается как э. а. ф. через дефлегматор *H* и конденсатор *H*₁.

Ректификационная колонна имеет 41 укрепляющую тарелку и 13 истощающих. Она также обогревается глухим паром. Сивушное масло отбирается с 7-й тарелки (снизу) истощающей части в виде паров. Пары поступают в холодильник *M*₁ и маслоотделитель *M*₂.

Промежуточные продукты отбираются с 8-й тарелки (снизу) укрепляющей части колонны.

Пары спирта из колонны *B* направляются в пастеризационную колонну *D*. Эта колонна имеет 6 тарелок и дефлегматор. Из дефлегматора погон возвращается частично в ректификационную колонну, а в основном стекает в колонну *D*, из которой после выделения головных продуктов поступает в холодильник головного продукта *I* и частично в колонну *B*. Колонна *D* носит название пастеризационной. Пары из ректификационной колонны поступают в нее с 7-й (сверху) тарелки.

Ректификационная колонна имеет дефлегматор *E* и два конденсатора *E*₁ и *E*₂. Из последнего конденсатора также отводятся частично головные продукты без возврата их в флегму.

Описанный аппарат представляет интерес с точки зрения тщательности выделения примесей и применения глухого обогрева. Однако схема его чрезмерно сложна и в ней недостаточно обработана сепарация углекислоты.

§ 6. МАТЕРИАЛЬНЫЙ И ТЕПЛОВЫЙ БАЛАНСЫ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА КОСВЕННОГО ДЕЙСТВИЯ

Метод составления материального и теплового балансов брагоректификационного аппарата в основном не отличается от методов, изложенных для ректификационных аппаратов непрерывного действия и брагоректификационного аппарата полупрямого действия. Различие заключается только в расчете бражной колонны и в определении крепости бражного конденсата, поступающего на эниорацию. Эта особенность расчета рассмотрена в примере 17.

Пример 17. Составить материальный и тепловой балансы бражной колонны аппарата косвенного действия и определить число необходимых тарелок.

Для составления баланса принимаем следующие условия. Производительность аппарата 1000 дал спирта в сутки. Концентрация спирта в бражке $x_M = 7,5\%$ мас., температура бражки, поступающей в колонну, 70° С. Давление греющего пара 1,3 бар.

Бражка, поступающая в бражную колонну, имеет температуру 70° С. Следовательно, она не догрета до температуры кипения. Нагрев бражки до кипения происходит на верхней тарелке бражной колонны. При этом за счет

конденсации водно-спиртовых паров крепость спирта на верхней питающей тарелке повышается. Крепость спирта на питающей тарелке находят при помощи графика (см. рис. VI—6). Температура кипения бражки при содержании спирта 7,5% мас. равна 93° С.

Удельную теплоемкость бражки примем равной 0,95 ккал/(кг·град).

Составим материальный баланс, отнеся все расчеты к 100 кг поступающей на аппарат бражки. Теплота недогрева 100 кг бражки равна

$$100 (93 - 70) 0,95 = 2185 \text{ ккал};$$

по графику (см. рис. VI—6) находим крепость спирта на питающей тарелке; она составляет 10% мас.

Количество алкоголя, содержащееся в бражке, по заданию равно 7,5 кг (вместе с примесями).

Пренебрегая потерями в бражной колонне, находим количество паров сырца, поднимающихся из бражной колонны. При крепости бражки на питающей тарелке 10% мас. в парах будет содержаться алкоголя 52,2% мас.

Отсюда количество паров сырца равно

$$\frac{100 \cdot 7,5}{52,2} \approx 14,4 \text{ кг.}$$

Однако в действительности количество пара может быть несколько большим за счет избыточного количества греющего пара, вводимого в нижнюю часть колонны. Примем коэффициент избытка пара равным 1,1. Тогда действительное количество пара составит $14,4 \cdot 1,1 = 15,84$ кг. Действительная концентрация спирта в парах, уходящих из колонны, будет равна

$$\frac{7,5 \cdot 100}{15,84} = 47,5\% \text{ мас.}$$

Т а б л и ц а XII-7

Материальный баланс бражной колонны

Приход		Расход	
Продукт	Количество, кг	Продукт	Количество, кг
Бражка	100	Водно-спиртовые пары . .	15,84
Греющий пар	P	Барда	B

Составим уравнение материального баланса:

$$100 + P = 15,84 + B,$$

откуда

$$B = 84,16 + P$$

Составим уравнение теплового баланса:

$$6650 + 641,2P = 7430 + 8300 + 99P + 200.$$

Отсюда $P = 16,7$ кг.

Количество барды равно $84,16 + 16,7 = 100,86$ кг.

Для определения числа тарелок бражной колонны воспользуемся уравнением рабочей линии, которое для данного случая будет иметь следующий вид:

$$y = \frac{L}{G} (x - x_R).$$

Тепловой баланс бражной колонны

Показатели	$c, \frac{\text{ккал}}{\text{кг} \times \text{град}}$	$t, ^\circ\text{C}$	$i, \frac{\text{ккал}}{\text{кг}}$	Расчет теплосодержания	Итого, ккал
Приток					
Тепло, приносимое бражкой	0,95	70	—	$100 \cdot 70 \cdot 0,95$	6650
Тепло, приносимое греющим паром	—	106,56	641,2	$P \cdot 641,2$	$641,2P$
Расход					
Тепло, уходящее с водно-спиртовыми парами .	—	—	469,7	$469,7 \cdot 15,84$	7430
Тепло, уходящее с бардой	0,97	102	—	$(84,16 + P) \times$ $\times 102 \cdot 0,97$	$8300 + 99P$
Потери тепла	—	—	—	—	200

Здесь y и x — концентрация спирта (в молях) в парах и в жидкости для любого сечения колонны;

x_R — концентрация спирта в барде, % мол.;

L — количество молей в жидком потоке, а

G — в паровом.

Величину G можно легко найти, зная количество греющего пара

$$G = P : 18 = 16,7 : 18 = 0,93.$$

Поток жидкости, стекающей в бражной колонне, складывается из потока бражки и потока конденсата пара, пошедшего на подогревание бражки до температуры кипения.

Количество молей в 100 кг бражки равно

$$7,5 : 46 + 92,5 : 18 = 5,3.$$

Здесь 46 и 18 — молекулярные массы спирта и воды, а 7,5 и 92,5 кг — массовое количество спирта и воды в бражке. Количество молей воды в сконденсировавшемся греющем паре равно

$$\frac{2185}{(641,2 - 91,3) 18} = 0,22 \text{ моль.}$$

Здесь 2185 — количество тепла для нагрева бражки до кипения, найденное ранее, 641,2 — теплосодержание греющего пара, а 91,3 — температура кипения при крепости жидкости 10% мас. спирта.

Общее количество молей в жидком потоке $L = 5,3 + 0,22 = 5,52$.

$$y = \frac{5,52}{0,93} (x - 0,004),$$

где 0,004 — молярный процент спирта в барде, или

$$y = 5,95x - 0,024.$$

Задавшись двумя значениями x , найдем два значения y ; по этим координатам находим две точки, соединяя которые, получим рабочую линию ко-

лонны. Определение числа тарелок проводим при помощи построения ступенчатого графика, как и в примере 4.

Как и в примере 4, число тарелок на участке изменения концентраций от 0,004 до 0,2% мол. определяем аналитически по уравнению (II.27).

Найдя число теоретических тарелок, делим его на средний к. п. д. тарелок и получаем число действительных тарелок. К. п. д. для тарелок двойного кипячения может быть взят равным 0,6. Из приведенного расчета определяется количество конденсата бражных паров, поступающего в эюрационную колонну. Известна также и его крепость. Поэтому имеются исходные данные для составления материального и теплового балансов эюрационной и ректификационной колонн. Метод построения этих балансов аналогичен изложенному в примере 16.

Определение числа тарелок ректификационной колонны может быть проведено графическим методом, как это изложено в гл. II.

Число тарелок эюрационной колонны определяют по данным практики. В современных аппаратах устанавливают 18—23 тарелки в бражной колонне, 40 тарелок в эюрационной колонне, из них 20—в выварной части. В ректификационной колонне устанавливают 66—70 тарелок, из них 16 — в выварной части.

Диаметр колонн и расстояние между тарелками определяют так же, как это изложено в гл. VI.

§ 7. ПРОЦЕСС ЭЮРАЦИИ И РАБОТА ЭЮРАЦИОННОЙ КОЛОННЫ

Под эюрацией обычно понимают процесс выделения головных примесей спиртов. При непрерывной ректификации этот процесс протекает в отдельной колонне, называемой эюрационной, которая состоит из колонны укрепления (альдегидной) и колонны истощения.

В последние годы советскими исследователями (ЦНИИСП, УкрНИИСП, КТИПП) проведены исследования, которые детально осветили этот вопрос и дали новые направления в его проведении.

Интересные предложения внесены работниками производства. Побудительными причинами для проведения этих исследований послужили потребность в концентрировании головных продуктов, отбираемых в эфирно-альдегидной фракции на непрерывно действующих брагоректификационных и ректификационных аппаратах, и потребность в получении спирта высшей очистки при переработке мелассных бражек.

Эфирно-альдегидная фракция (э. а. ф.) представляет собой спиртовой раствор головных примесей. К ним относятся: искусный альдегид, метиловый спирт и сложные эфиры жирных кислот. Количество э. а. ф. составляет от 1 до 5% об. от выхода ректфиката.

При существующей в нашей промышленности конъюнктуре этот отход расценивается значительно ниже, чем ректифицированный спирт.

Представление о составе эфирно-альдегидной фракции, получаемой на наших заводах, дает табл. XII—9.

Таблица XII-9

Состав э. а. ф. некоторых заводов

Завод	Перерабатываемое сырье	Тип аппарата	Метод отбора э. а. ф.	Качество от- в. а. ф., % об. от ректифика- ката	Крепость, % об.	Кислоты, мг/л	Аналитические показатели э. а. ф.			PH
							эфирь	альдегиды	метилэтил- спирт	
Мироцкий	Рожь, зерносмесь	Трехколонный, косвенного действия	Периодический, 1 раз в сутки	0,5—0,6	94,7	869	4,33	0,52	2,8	5,2
Тригесский спирто- вый	Зерно—картофель	То же	1 раз в 3 суток Непрерывный	0,5—0,6	95,2	336	3,50	0,89	2,2	3,4
Ливенский спирто- вый	Картофель	Непрерывного дей- ствия типа	Непрерывный	1,7	90,9	4680	11,92	3,58	5,4	3,4
Московский ликеро- водочный	Спирт-сырец зерновой	Гольднер-Гримма Системы Барбэ— Борман	»	0,9—1	86,3	6240	28,58	5,40	10,2	2,8
Лухвицкий спирто- вый	Меласса	Четырехколонный косвенного действия	»	3,96	95,5	715	2,0	0,56	2,2	3,8
Андрюшевский спирт- товый	Меласса	То же, со вспо- могательной ректификационной колонной	»	1,34	96,4	120	1,64	0,46	4,0	5,9
Джамбулский спиртовый	Меласса	Аппарат Савали периодического действия	Периодический	3,5	96,3	24	0,41	0,05	2,0	5,7
					95,0	181	1,01	0,27	—	—
					92,7	108	0,39	3,45	0	3,0
					95,2	600	0,50	1,63	0	2,8
					93,5	12	0,11	4,17	0	7,6

Из данных этой таблицы можно заключить, что состав э. а. ф. очень разнообразен и зависит от характера сырья, типа аппаратов и метода отбора э. а. ф.

В эфиро-альдегидной фракции, полученной при ректификации спирта из зерно-картофельного сырья и особенно из сахарной свеклы, содержится значительное количество метилового спирта, который образуется в процессе разваривания сырья. Количество его может доходить до 10,2%. Э. а. ф., полученная при переработке мелассы, содержит значительно больше альдегидов, чем э. а. ф., полученная при переработке зерно-картофельного сырья. В содержании эфиров наблюдается обратная зависимость.

Количество отбираемой э. а. ф. колеблется также в больших пределах.

Обращает на себя внимание то обстоятельство, что периодический отбор э. а. ф. позволяет уменьшить количество ее до 0,5—0,6% об. от количества ректификата и значительно сконцентрировать примеси.

Периодический отбор э. а. ф. был предложен Б. И. Соколовым, А. П. Левчиком и Д. Г. Юдицким и детально исследован в Украинском научно-исследовательском институте спиртовой промышленности [9, 10].

Метод работы с периодическим отбором э. а. ф. заключается в том, что эшюрационная колонна аппаратов непрерывного действия работает с более или менее длительными задержками, а следовательно, при флегмовом числе, равном бесконечности. Задержки эти могут быть весьма длительными и продолжаться до трех суток. При этом, как это было изложено в гл. II, тарелки колонны работают с максимальным укрепляющим эффектом, что ведет к накоплению головных продуктов на верхних тарелках колонны. Это позволяет при отборе э. а. ф. значительно уменьшить процент отбора и сконцентрировать примеси, содержащиеся в э. а. ф. Уменьшение потерь спирта в э. а. ф. ведет к некоторому увеличению выхода спирта-ректификата.

Метод работы с применением задержек на эшюрационной колонне имел некоторое распространение на спиртовых заводах, перерабатывающих доброкачественное зерно-картофельное сырье.

УкрНИИСП использовал для исследования этого метода брагоректификационный трехколонный аппарат косвенного действия Мирощкого спиртового завода производительностью 1000 дал безводного спирта в сутки.

Это исследование имеет, однако, значение не только для данного метода эшюрации. Оно явилось первым тщательно поставленным исследованием процесса эшюрации, проведенным в производственных условиях, и дало представление о реальном изменении концентрации примесей по высоте колонны.

На рис. XII—10 изображена схема элюационной колонны, подготовленной к проведению испытаний.

В процессе испытаний было исследовано движение примесей и расход пара при различных режимах работы: с непрерывным

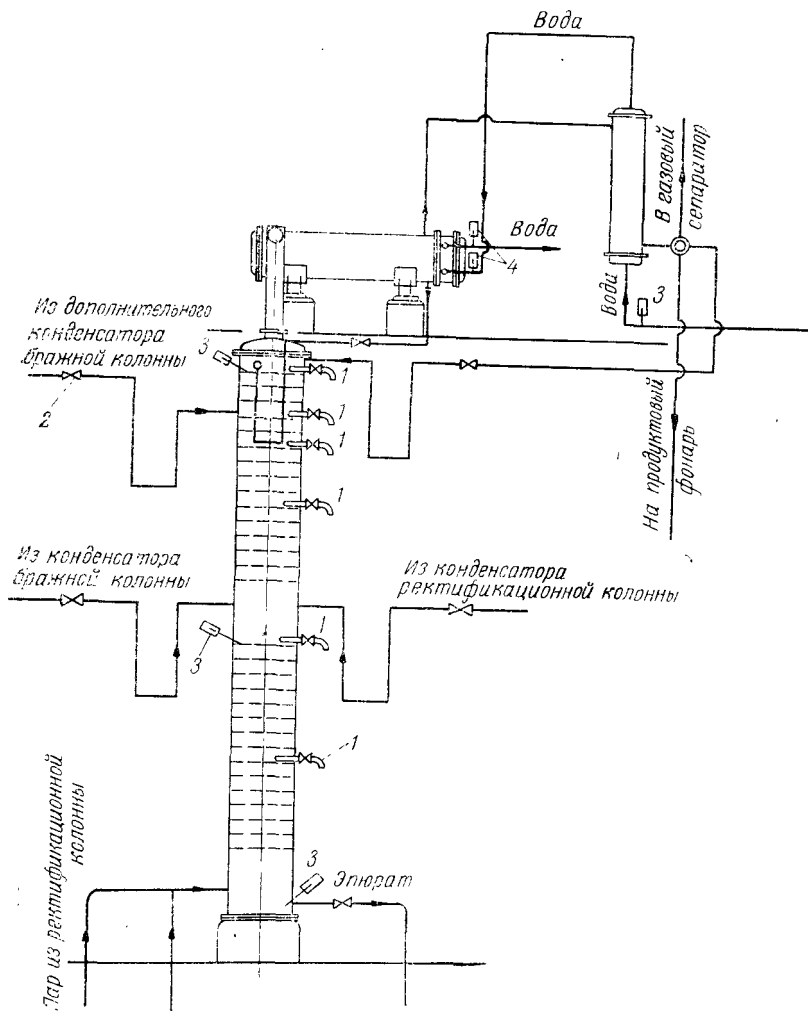


Рис. XII-10. Схема оборудования элюационной колонны брагоректификационного аппарата термометрами и проботборными кранами:

1 — проботборные краны на колонне, 2 — проботборные краны на трубопроводах, 3 — термометры на колонне, 4 — термометры на трубопроводах.

отбором э. а. ф. в количестве 1,5% от вырабатываемого спирта, с односуточной, двухсуточной и 60-часовой задержкой отбора э. а. ф.

При работе с задержками э. а. ф. отбирали в количестве 0,5—0,6% от выработанного спирта.

В результате работы по всем перечисленным методам, кроме четвертого, был получен спирт, удовлетворяющий требованиям стандарта и получивший дегустационную оценку не ниже 8,5 балла.

Спирт, полученный при 60-часовой задержке, получил дегустационную оценку 8 баллов и был признан непригодным для изготовления сортовых водок.

Интересно отметить, что двухсуточная задержка не привела к заметному снижению аналитических и дегустационных показателей спирта.

Движение примесей при непрерывном отборе э. а. ф. при переработке зерносмеси иллюстрируется данными табл. XII—10.

Таблица XII-10

Движение примесей в эспирационной колонне при непрерывном отборе э. а. ф. (переработка зерносмеси, отбор проб на 30-м часе от начала работы аппарата)

Место отбора пробы	Крепость види- маз, % об.	Аналитические показатели					
		альдегиды, % об.	кислоты, мг/л	эфирь, % об.	свинуное масло, % об.	метиловый спирт, % об.	pH
Конденсатор бражной ко- лонны	60,0	0,001	84	0,008	—	Не об- наружен	4,0
Дополнительный конденсатор бражной колонны	46,7	0,003	72	0,023	—	То же	4,8
Конденсатор ректификацион- ной колонны	95,9	0,007	6	0,010	—	»	5,5
Конденсатор эспирационной колонны	94,8	0,19	564	1,72	—	1,55	3,5
Дефлегматор эспирационной колонны	95,6	0,05	36	0,82	—	1,18	4,5
1-я тарелка (сверху)	95,7	0,03	36	0,27	—	0,74	5,5
4-я тарелка	95,4	0,018	12	0,14	—	0,45	5,8
6-я тарелка	93,1	0,010	12	0,047	—	0,25	6,5
10-я тарелка	92,3	0,002	6	0,013	0,13	—	6,7
16-я тарелка	88,9	0,0000	6	0,011	0,21	Не об- наружен	5,7
24-я тарелка	74,3	0,0003	30	0,006	0,13	То же	5,0
Эпюрат	32,7	0,0003	42	0,002	—	»	4,1

Картина распределения примесей довольно типична. Анализируя данные табл. XII—10, можно заключить: а) крепость спирта на тарелках альдегидной части эспирационной колонны остается практически постоянной и равной приблизительно кре-

пости э. а. ф.; б) крепость спирта в истощающей части колонны резко изменяется на нижних тарелках; в) изменение концентрации примесей в истощающей части колонны идет примерно по прямой линии; г) изменение концентрации примесей в альдегидной колонне имеет переломную точку примерно на 10-й тарелке сверху. При этом, начиная с 10-й тарелки, концентрация примесей начинает возрастать более интенсивно; д) значительную роль в концентрировании примесей играют дефлегматор и конденсатор эюрационной колонны, где происходит существенный скачок концентрации примесей; е) сивушное масло не поднимается в ощутимых количествах выше 6-й тарелки; ж) метиловый спирт полностью выделяется в э. а. ф.; з) при эюрации зерно-картофельного спирта не удалось установить зон концентрирования отдельных примесей. Это очень существенно, так как мы увидим далее, что при эюрации мелассного спирта такая зона для эфиров обнаруживается.

Перейдем теперь к рассмотрению процесса эюрации с задержками. Рассмотрим, какое влияние оказывает на процесс эюрации задержка отбора э. а. ф.

Продолжительная работа при бесконечном флегмовом числе естественно, приводит к тому, что головные продукты собираются на верхних тарелках альдегидной колонны. Этот процесс концентрации головных примесей можно хорошо видеть из данных табл. XII—11. Рассматривая данные этой таблицы, можно отметить следующее:

а) даже при стабильной работе непрерывно действующего аппарата происходит довольно резкое колебание в составе поступающих в эюрационную колонну продуктов;

б) дефлегматор и конденсатор эюрационной колонны играют значительную роль в концентрировании головных примесей: альдегидов, эфиров, метилового спирта и летучих кислот;

в) по мере увеличения длительности задержки происходит непрерывное нарастание концентрации головных продуктов на тарелках альдегидной колонны, тем более заметное, чем выше расположена тарелка;

г) на тарелках истощения эффект задержки сказывается тем менее, чем ниже они расположены. На состав эюрата значительного влияния задержка не оказывает (в пределах 25 часов).

В этом исследовании были испытаны также режимы с задержкой продолжительностью 2 и 2,5 суток. Было выяснено, что при задержке, не превышающей 40 ч, получаемый спирт практически не отличается от спирта, получаемого при непрерывном отборе э. а. ф. Однако авторы исследования, исходя из соображений устойчивости режима работы эюрационной колонны, рекомендуют сравнительно короткие задержки продолжительностью 8 ч с отбором э. а. ф. в количестве 0,4% от объема спирта-ректификата.

Таблица XII-11

Движение примесей в эпорационной колонне при суточной задержке отбора
э. а. ф.

(переработка зерносмеси)

Место отбора проб	Часы отбора от начала испытаний	Крепость выдима, % об.	Аналитические показатели					рН
			альдегиды, % об.	кислоты, мг/л	эфир, % об.	свинушное масло, % мас.	метиловый спирт, % об.	
Конденсатор бражной колонны	0	43,6	0,008	36	0,033	0,18	Не обнаружен	5,1
	5	55,9	0,007	48	0,010	0,29	То же	4,4
	10	49,2	0,008	72	0,014	0,16	«	3,8
	15	29,6	0,007	120	0,010	0,07	«	4,0
	20	37,6	0,008	120	0,014	0,00	«	4,1
Дополнительный конденсатор бражной колонны	25	57,3	0,007	36	0,021	0,04	«	5,7
	0	54,8	0,210	24	0,070	0,91	«	5,1
	5	56,1	0,017	48	0,066	0,83	«	4,4
	10	46,2	0,011	48	0,030	0,76	«	4,6
	15	49,1	0,012	84	0,047	0,66	«	4,4
Конденсатор ректификационной колонны	20	50,3	0,008	96	0,041	0,71	«	4,7
	25	54,9	0,016	84	0,066	0,75	«	4,6
	0	96,3	0,008	6	0,004	0,08	«	7,2
	5	96,4	0,009	12	0,004	0,00	«	6,8
	10	96,2	0,002	6	0,002	0,00	«	7,3
Конденсатор эпорационной колонны	15	96,5	0,003	6	0,005	0,00	«	5,4
	20	96,3	0,002	6	0,001	0,04	«	6,5
	25	96,3	0,003	6	0,005	0,04	«	6,1
	0	95,9	0,14	36	0,19	—	0,1	4,6
	5	94,4	1,84	1032	3,67	—	1,9	3,4
Дефлегматор эпорационной колонны	10	92,7	2,78	3180	6,10	—	2,7	3,1
	15	92,0	3,17	5160	9,18	—	4,0	3,3
	20	91,8	3,46	3960	11,23	—	5,4	3,5
	25	90,9	3,58	4680	11,92	—	5,4	3,4
	0	95,8	0,04	6	0,09	—	0,1	5,8
1-я тарелка (сверху)	5	95,5	0,30	480	1,60	—	1,5	4,2
	10	95,2	0,45	96	2,95	—	2,2	4,3
	15	95,0	0,56	240	3,81	—	3,3	3,9
	20	94,7	0,69	210	4,88	—	4,9	4,3
	25	94,3	0,86	420	6,06	—	5,2	4,0
4-я тарелка	0	95,9	0,02	24	0,08	—	0,05	5,6
	5	95,8	0,12	114	0,50	—	0,86	4,5
	10	95,6	0,18	336	0,92	—	1,57	4,6
	15	95,5	0,31	48	1,27	—	2,40	4,9
	20	95,5	0,35	60	1,76	—	3,00	4,8
4-я тарелка	25	95,3	0,48	48	2,07	—	3,36	5,1
	0	95,7	0,009	12	0,023	—	Не обнаружен	6,6
	5	95,8	0,087	60	0,248	—	0,50	5,4
	10	95,6	0,143	36	0,430	—	0,95	5,0
	15	95,8	0,260	24	0,664	—	1,51	5,8
4-я тарелка	20	95,7	0,290	24	0,859	—	1,95	5,0
	25	95,4	0,410	36	1,090	—	2,10	5,1

Место отбора проб	Часы отбора от начала испытаний	Крепость, види-мая, % об.	Аналитические показатели					метиловый спирт, % об.	рН
			альдегиды, % об.	кислоты, мг/л	эфирь, % об.	свободное мас-ло, % мас.			
6-я тарелка	0	95,2	0,003	12	0,016	—	Не обнару-жен	6,5	
	5	95,3	0,069	60	0,068	—	0,35	5,5	
	10	96,4	0,095	12	0,121	—	0,4	5,8	
	15	96,5	0,180	12	0,184	—	0,9	5,5	
	20	95,5	0,180	24	0,227	—	1,1	5,5	
10-я тарелка	25	95,2	0,280	12	0,281	—	1,2	6,3	
	0	95,2	—	6	0,020	0,39	Не обнару-жен	6,1	
	5	93,0	0,026	24	0,018	0,26	То же	5,5	
	10	92,8	0,024	6	0,016	0,32	«	5,5	
	15	92,6	0,037	12	0,025	0,34	«	—	
16-я тарелка	20	92,8	0,040	12	0,018	0,34	«	6,3	
	25	92,9	0,042	12	0,021	0,30	«	6,2	
	0	87,2	—	6	0,017	0,57	«	5,8	
	5	88,6	0,019	12	0,010	0,39	«	5,7	
	10	88,6	0,010	6	0,014	0,43	«	6,0	
24-я тарелка	15	88,8	0,019	6	0,015	0,43	«	6,4	
	20	87,9	0,014	12	0,018	0,47	«	5,8	
	25	89,1	0,030	6	0,014	0,43	«	5,6	
	0	60,1	0,0025	18	0,004	0,13	«	5,5	
	5	73,5	0,0025	24	0,004	0,13	«	4,9	
Элюрат	10	71,9	0,0020	18	0,004	0,17	«	4,9	
	15	64,3	0,0025	60	0,007	0,08	«	4,8	
	20	65,8	0,0015	48	0,006	0,08	«	5,0	
	25	73,0	0,0030	24	0,006	0,13	«	5,5	
	0	22,4	0,004	18	0,007	0,15	«	4,7	
Э. а. ф. (сред-няя проба за 25 ч)	5	36,2	0,003	36	0,003	0,06	«	4,1	
	10	32,1	0,003	18	0,002	—	«	5,2	
	15	21,5	0,004	108	0,003	—	«	3,5	
	20	25,5	0,002	48	0,001	—	«	4,1	
	25	32,8	0,003	48	0,001	—	«	4,4	
		95,2	0,89	336	3,5	—	—	3,4	

Работа элюрационной колонны брагоректификационных аппаратов с задержкой отбора э. а. ф. позволяет несколько увеличить выход ректификата при работе на нормальном зернокартофельном сырье. Однако качество получаемого продукта в ряде случаев не удовлетворяло стандарту, почему этот метод работы в настоящее время не рекомендуется.

§ 8. РАСХОД ПАРА НА ЭПЮРАЦИЮ. ПРОЦЕСС ВЫВАРИВАНИЯ ПРИМЕСЕЙ

Вопрос о количестве пара, которое должно быть подано в эспурационную колонну для вываривания той или другой головной примеси, был предметом исследования ряда авторов [11, 12]. Основой для рассмотрения этого вопроса является уравнение Сореля.

Запишем формулу Сореля (VIII—10) в следующей форме:

$$\frac{\alpha_c}{\alpha_3} = \left(1 - \frac{KG}{L}\right) \left[\frac{\left(\frac{KG}{L}\right)^n - 1}{\frac{KG}{L} - 1} \right]. \quad (\text{VIII—10}')$$

Здесь α_c — концентрация примеси в спирте, поступающем в колонну, % мол.;

α_3 — то же, в эспурате;

L — количество киломолей в жидком потоке, стекающем в колонне;

G — то же, в парах;

n — число ступеней концентрации в выварной части эспурационной колонны.

Согласно изложенному в гл. II, $G = \frac{P}{18}$, где P — массовый удельный расход пара в кг на 1 кг безводного спирта, введенного в колонну.

Поток жидкости L в выварной колонне при флегмовом числе, близком к бесконечности ($v = \infty$), будет найден из уравнения

$$L = \frac{M}{M_0} + G.$$

Здесь M — количество питания на 1 кг безводного спирта, кг;
 M_0 — средняя молекулярная масса питания.

Очевидно, что

$$\frac{G}{L} = \frac{P}{18} \cdot \frac{M_0}{M + GM_0}.$$

Если крепость поступающего питания a % мас., то $M = \frac{100}{a}$, а следовательно,

$$\frac{G}{L} = \frac{PM_0}{\frac{100}{a} + GM_0}. \quad (\text{XII—1})$$

Таким образом, отношение парового и жидкого потока будет зависеть от удельного расхода пара P и крепости питания a .

Степень вываривания $\frac{a_c}{a_3}$, согласно уравнению (VIII-10'), будет зависеть от коэффициента испарения примеси K , числа ступеней концентрации n , удельного расхода пара P и концентрации примеси в питании a .

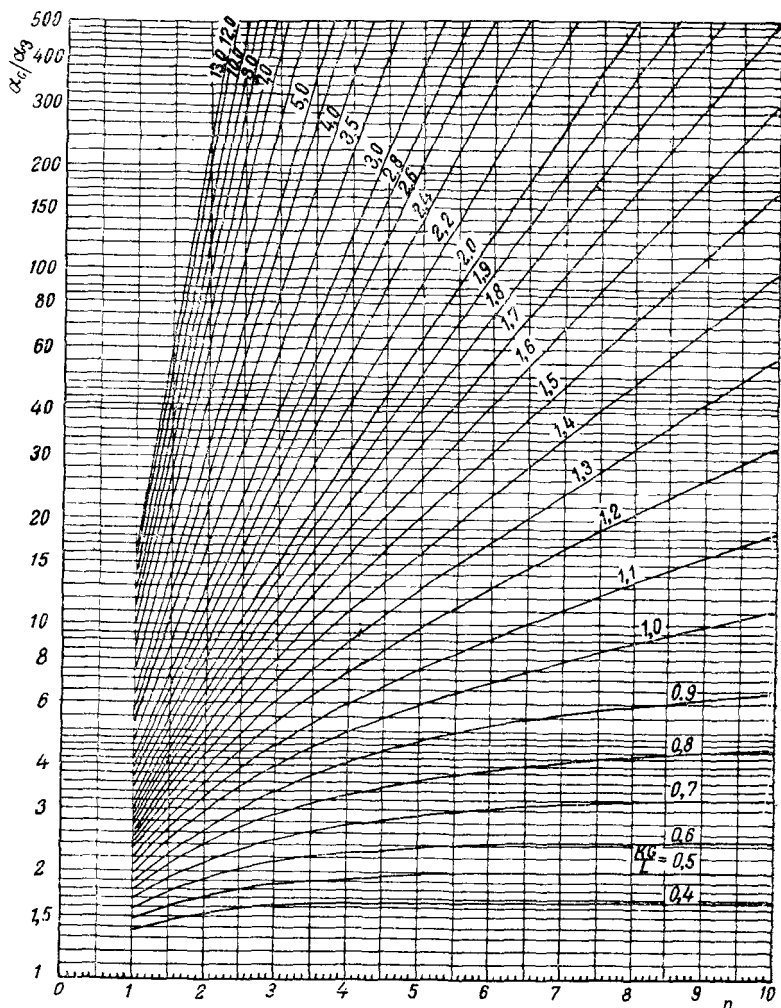


Рис. XII-11. Номограмма для определения расхода пара на эворацію.

П. С. Цыганков [12] построил номограмму (рис. XII-11), в которой дана взаимная связь величин $\frac{a_c}{a_3}$, K , $\frac{G}{L}$, n . При помощи этой номограммы можно определить любую из перечис-

ленных величин, если известны остальные. Способ пользования номограммой изложен в примере 18*.

Пример 18. Поступающее в эпорационную колонну питание содержит 50% мас. спирта. Определить расход пара для вываривания уксусного альдегида. Степень вываривания $\frac{x_c}{x_9} = 40$, $n = 7,5$.

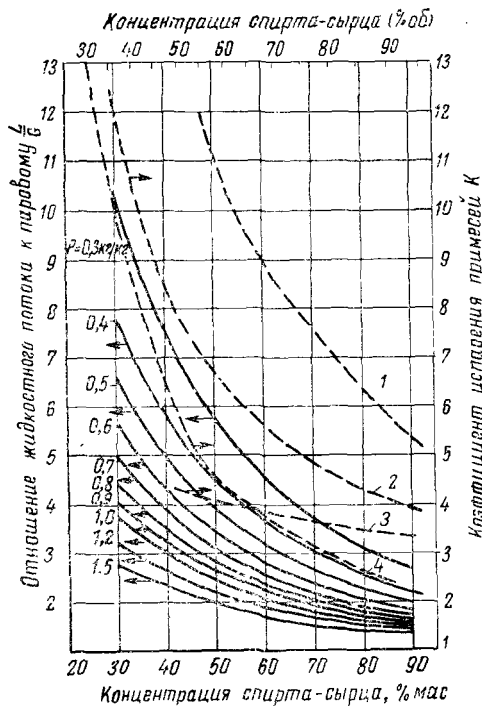


Рис. XII-12. Изменение коэффициента испарения и отношения L/G :

1 — муравьиноэтиловый эфир, 2 — уксусометиловый эфир, 3 — уксусный альдегид, 4 — уксусноэтиловый эфир.

Сначала воспользуемся вспомогательным графиком, построенным Цыганковым (рис. XII—12) для нахождения коэффициента испарения. Находим по графику $K = 4,2$. Теперь по номограмме (см. рис. XII—11) находим $\frac{KG}{L} = 1,4$.

Отсюда $\frac{G}{L} = \frac{1,4}{4,2}$ и $\frac{L}{G} = \frac{4,2}{1,4} = 3$. Возвращаясь к вспомогательному графику (рис. XII—12), находим, что удельный расход пара равен $0,7 \text{ кг/кг}$.

* См. также С. Е. Харин, В. М. Перельгин. Об эффекте эпорации. «Известия вузов. Пищевая технология», № 2, 1968.

Комплекс $\frac{KG}{L}$ является безразмерным. Он отражает влияние на степень вываривания ряда величин: коэффициента испарения, удельного расхода пара, концентрации спирта.

Принимая во внимание заслуги Сореля в исследовании процесса эюрации, назовем этот безразмерный комплекс критерием Сореля

$$So = \frac{KG}{L} = K \frac{PM_0}{\frac{100}{a} + GM_0} \quad (XII-2)$$

Критерий Сореля играет существенную роль в исследовании процесса эюрации и ректификации.

Исследования, проведенные в 1955—1959 гг. УкрНИИСПом и КТИППом, позволяют установить расход пара на эюрацию для различных аппаратов. Обследованию были подвергнуты эюрационные колонны брагоректификационных аппаратов на Мирозком, Лохвицком и Мало-Висковском заводах. Характеристика эюрационных колонн этих заводов дана в табл. XII—12.

Таблица XII-12
Характеристика эюрационных колонн и расход пара при получении спирта высшей очистки

Характеристика аппарата	Заводы		
	Мирозкий	Лохвицкий	Мало-Висковский
Число тарелок (многоколпачкового типа)	30	40	40
Расстояние между тарелками, мм	170	175	170
Поверхность дефлегматора, м ²	12	53	40
Поверхность конденсатора, м ²	5	20	15
Перерабатываемое сырье	Зерносмесь	Меласса	Меласса
Метод работы	Непрерывный отбор э. а. ф.	Непрерывный отбор э. а. ф.	Непрерывный отбор э. а. ф.
Расход пара по тепловому балансу, кг/дал безводного спирта	10,9	6,64—7,23	3,65—4,18
То же, кг/кг безводного спирта	1,38	0,84—0,96	0,46—0,53
Расход пара по замеру, кг/дал безводного спирта	11,14	6,76—8,71	3,60—4,21
То же, кг/кг безводного спирта	1,41	0,86—1,08	0,45—0,53

Данные табл. XII—12 значительно отличаются от литературных данных. Следует отметить, что расход пара на Мало-Висковском заводе не вполне характерен, так как при данном расходе пара не всегда удавалось получать стандартный спирт высокой очистки. Поэтому есть основания рекомендовать при расчете эюорационных колонн принимать расход пара равным 0,8—1 кг/кг безводного спирта, или 7—8 кг/дал безводного спирта.

Эта величина примерно совпадает с теоретически определяемой по графику Цыганкова.

§ 9. ОСОБЕННОСТИ ЭЮОРАЦИИ МЕЛАССНОГО СПИРТА И ПРЕДЛОЖЕНИЯ ПО ПОВЫШЕНИЮ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЭЮОРАЦИИ

Возросшая за последние годы роль мелассы как сырья для выработки этилового спирта высшей очистки поставила перед промышленностью новые задачи.

Как известно, состав примесей мелассного спирта-сырца значительно отличается от состава спирта-сырца, полученного из зерно-картофельного сырья.

Своеобразие примесей обуславливает трудности очистки спирта от тех примесей, которые, переходя в минимальных количествах в ректификат, обуславливают его низкую дегустационную оценку.

За последние годы научно-исследовательскими институтами и работниками производства проведены исследования процесса эюорации мелассного спирта и выдвинуты предложения, в значительной степени разрешившие проблему эюорации мелассного спирта.

УкрНИИСПом совместно с КТИППом проведено в производственных условиях исследование распределения примесей в эюорационной колонне при эюорации мелассного спирта.

Опытами, проведенными на ряде заводов, было установлено, что при эюорации мелассного спирта наблюдается максимум концентрации эфиров в определенной зоне укрепляющей части колонны. Эта зона при 25 тарелках в укрепляющей части соответствует 17—21-й тарелкам (считая сверху). При этом крепость на этих тарелках колеблется в пределах 86—94% об., а температура кипения изменяется от 78,2 до 78,9° С (рис. XII—13).

Таким образом, в отличие от распределения примесей при эюорации спирта, полученного из зерно-картофельных бражек, при эюорации мелассного спирта наблюдается зона концентрации примесей промежуточного характера на некоторых тарелках эюорационной колонны. Это наблюдение послужило основа-

нием для разработки методов проведения процесса эюрации меласного спирта.

Предложен метод обработки жидкости, отбираемой с упомянутых тарелок, в особом реакторе щелочью. После обработки щелочью в непрерывном потоке жидкость возвращается в колонну. Щелочь омыляет скапливающиеся на тарелке эфиры и связывает летучие органические кислоты. Количество эфиров в эюрате при этом заметно уменьшается.

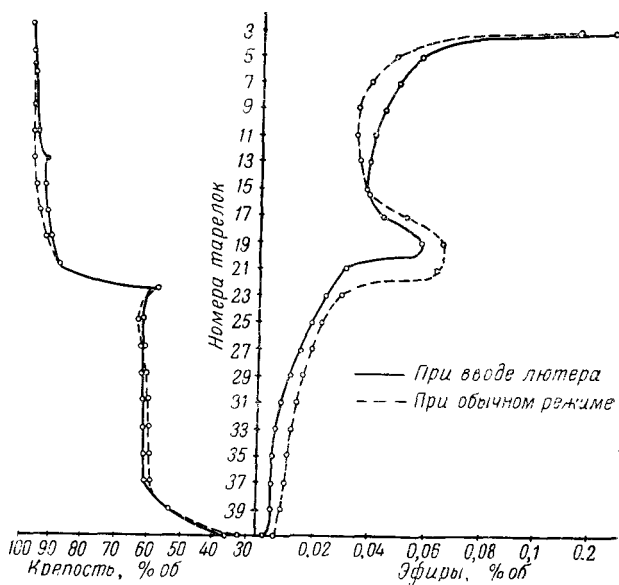


Рис. XII-13. Распределение эфиров в эюрационной колонне при ректификации спирта, выработываемого из мелассы.

Это в свою очередь влияет на количество эфиров в ректификате, уменьшая их содержание примерно на 20%. Кислотность э. а. ф. при этом уменьшилась в 7—8 раз. Количество вводимой щелочи определяется расчетом, исходя из количества эфиров. Концентрация щелочи 6% мас. Введение щелочи в ректификационную колонну (на верхние тарелки) при ректификации меласного спирта практикуется уже достаточно давно. В ряде случаев этот прием позволяет довести пробу на окисляемость до нормы, установленной стандартом.

При этом также происходит омыление эфиров и связывание летучих кислот. Однако при введении в избытке щелочь взаимодействует с азотистыми соединениями. При этом, возможно,

образуются летучие амины и аммиак, которые могут портить дегустационные качества ректификата.

Следует, однако, иметь в виду сказанное о вводе щелочи на стр. 254.

Другой метод, разработанный сотрудниками УкрНИИСПа, основан на введении в зону концентрации эфиров в элюационной колонне лютерной воды. Количество вводимой воды весьма невелико и составляет 2—3% от объема вводимого в колонну безводного спирта. Однако, как показали опыты, проведенные на заводах, эффект очистки, достигаемый этим приемом, очень велик: введение лютера в зону концентрации эфиров уменьшает, по данным УкрНИИСПа, содержание эфиров в элюате и ректификате почти в два раза.

Этому явлению может быть дано следующее объяснение: введение воды вызывает уменьшение концентрации спирта и повышение температуры кипения. Это в свою очередь повышает летучесть эфиров, которые перемещаются на вышележащие тарелки и частично уходят в э. а. ф.

Введение воды в элюационную колонну — далеко не новый прием. При работе на аппаратах Барбэ и Гильома рекомендовалось подавать воду на тарелки, расположенные непосредственно над тарелкой питания или ниже ее. При этом стремились увеличить коэффициенты ректификации головных примесей.

В другом современном методе, получившем наименование «гидроселекции», лютерная вода вводится на верхнюю тарелку элюационной колонны при питании ее крепким (92% об.) спиртом. При этом стремятся вывести из колонны как головные, так и хвостовые примеси.

Новым в методе, разработанном УкрНИИСПом, является место ввода лютерной воды, установленное научно поставленным обследованием аппарата.

Метод гидроселекции был проанализирован в работе П. С. Цыганкова [13].

Подача воды на верхнюю тарелку элюационной колонны позволяет регулировать в широких пределах концентрации спирта на тарелках концентрационной части элюационной колонны. Это дает возможность подобрать оптимальные условия для вывода (или задержки) тех или иных примесей.

В табл. XII—13 и XII—14 приведены результаты расчетов, проведенных П. С. Цыганковым для выварной и концентрационной части элюационной колонны.

В этой таблице K — коэффициент испарения примеси, α_c/α_0 — отношение концентрации примеси в питании к концентрации примеси в остатке (элюате).

Из рассмотренных данных табл. XII—13 следует, что введение воды улучшает вываривание уксусноэтилового и уксусно-

Таблица XII-13

Вываривание примесей в выварной части эпорационной колонны при введении воды на верхнюю тарелку

Примеси	При введении воды, кг/кг спирта									
	0		0,25		0,5		0,75		1,0	
	K	α_c/α_0	K	α_c/α_0	K	α_c/α_0	K	α_c/α_0	K	α_c/α_0
Уксусный альдегид	3,95	9	4,05	6,5	4,15	5,5	4,25	4,6	4,4	4
Уксусно-этиловый эфир	4,2	12	4,6	11	5,2	13	5,7	14	6,3	15
Уксусно-изоамиловый эфир	1,6	1,7	1,9	1,8	2,3	1,9	2,7	2,1	3,1	2,2

изоамилового эфиров, но ухудшает вываривание уксусного альдегида. Для того чтобы вываривание уксусного альдегида было эффективным, рекомендуется увеличивать подачу пара на эпорацию. При подаче воды в количестве 0,5 кг/кг спирта-сырца рекомендуется увеличить расход пара до 0,75 кг/кг спирта.

В табл. XII—14 показано влияние добавляемой воды на работу концентрационной части колонны.

Таблица XII-14

Поведение примесей в концентрационной части эпорационной колонны при добавлении воды

Примеси	При введении воды, кг/кг спирта							
	0		0,25		0,5		0,75	
	K	α_d/α_c	K	α_d/α_c	K	α_d/α_c	K	α_d/α_c
Уксусный альдегид	3,3	15900	3,7	2090	3,95	427	4,2	138
Уксусно-этиловый эфир	2,05	550	3,2	640	4,2	700	5,3	880
Уксусно-изоамиловый эфир	0,55	0,0084	0,9	0,04	1,6	0,33	2,6	8,4

В этой таблице α_d/α_c — отношение содержания примеси в дистилляте к содержанию ее в питании.

Из рассмотрения данных табл. XII—14 видно, что коэффициенты K ряда примесей при введении воды увеличиваются. Промежуточные примеси приобретают характер головных. Головная примесь (уксусный альдегид) сохраняет головной ха-

рактер, хотя ее отношение α_d/α_c уменьшается, а следовательно, и концентрирование его ухудшается.

Анализируя влияние введения воды на верхнюю тарелку элюционной колонны, можно сказать, что такой прием способствует выделению примесей промежуточного характера, к которым, кроме уксусноэтилового и уксусноизоамилового эфиров, можно отнести также изомасляноэтиловый и изовалерианоэтиловый. Этот эффект достигается за счет уменьшения концентрации этанола, что изменяет коэффициент испарения примесей. Гидроселекция может содействовать улучшению качества продукта, однако она ведет к потере части сивушного масла, уходящего в эфирно-альдегидную фракцию.

Остановимся на других методах улучшения процесса элюции.

В. П. Грязнов, К. А. Калуняц и Г. В. Ржечицкая [14] предложили при переработке остродефектного сырья усиливать выварную часть элюционной колонны за счет укрепляющей ее части,

А. И. Сибирцев (15) рекомендует тот же прием при переработке сырца, содержащего большое количество эфиров.

Усиление выварной части при переработке дефектного сырья [14] способствует выделению акролеина и промежуточных эфиров [15]. Ослабление укрепляющей части ведет к понижению крепости на ее верхних тарелках и соответственно к понижению крепости э. а. ф. Это же обстоятельство способствует выделению эфиров.

Как указывает А. И. Сибирцев [15], при переносе питания на 3-ю тарелку сверху крепость э. а. ф. снижалась. При этом качество ректификата соответствовало требованию стандарта при весьма высоком содержании эфиров в сырце.

Грязнов и другие [14] указывают, что для концентрирования головных примесей достаточно иметь 11 тарелок. При этом, конечно, крепость э. а. ф. понижается, что способствует выделению эфиров. Авторы указывают, что при этом производительность аппарата возрастает на 6%.

На рис. XII—14 показано изменение содержания эфиров в ректификате и элюрате при изменении точки ввода питания.

Перенос точки питания, таким образом, может дать положительный эффект, однако не следует забывать, что при этом уменьшается крепость э. а. ф.

При повышении точки питания не исключена также возможность перехода некоторой части сивушного масла в э. а. ф., что нежелательно.

Из других приемов усиления эффективности процесса элюции можно отметить следующие.

1. Увеличение парового потока в элюционной колонне,

т. е. увеличение расхода пара на эюрацию. По данным УкрНИИСПа и КТИППа, этот расход должен быть не менее 7 кг/дал спирта. Конечно, увеличение расхода пара возможно только при наличии соответствующей поверхности дефлегматора и конденсатора эюрационной колонны.

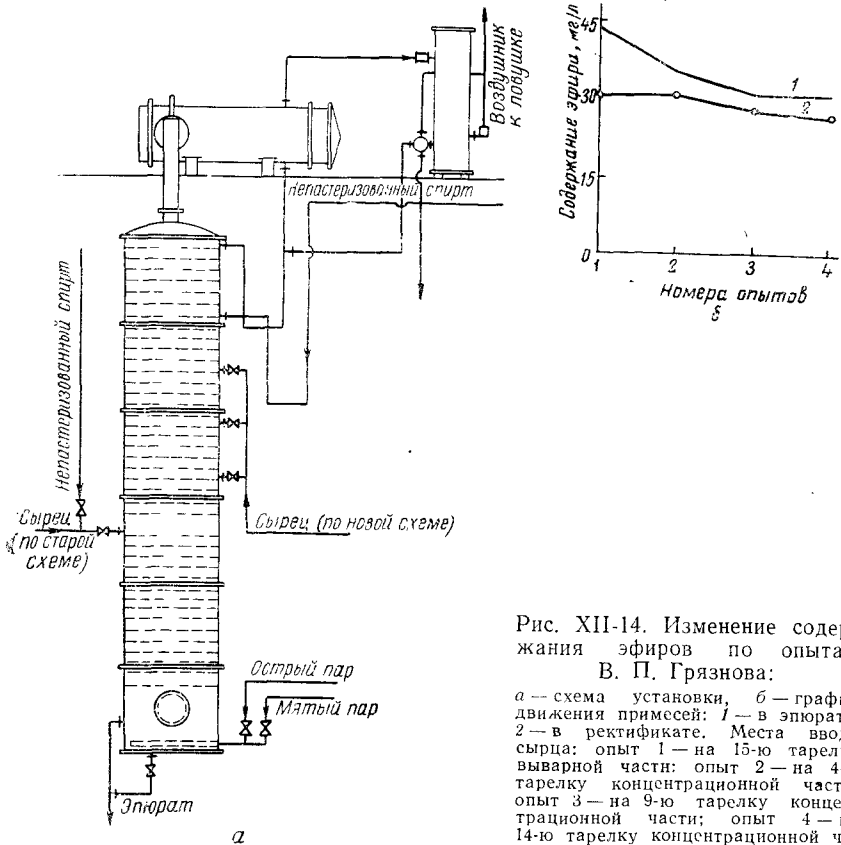


Рис. XII-14. Изменение содержания эфиров по опытам В. П. Грязнова:

а — схема установки, б — график движения примесей: 1 — в эюрате, 2 — в ректификате. Места ввода сырья: опыт 1 — на 15-ю тарелку выварной части; опыт 2 — на 4-ю тарелку концентрационной части; опыт 3 — на 9-ю тарелку концентрационной части; опыт 4 — на 14-ю тарелку концентрационной части.

2. Увеличение емкости выварной части эюрационной колонны по жидкости.

Б. И. Соколов, исходя из взглядов А. А. Кирова на эюрационную колонну как на кипятильник с обратным холодильником, высказал взгляд о недостаточности времени пребывания в ней жидкости, стекающей по тарелкам. По его подсчетам, емкость выварной части соответствует всего лишь получасовой производительности колонны. Исходя из этого, Б. И. Соколов предложил повысить уровень эюрата в выварной камере на 200—300 мм и жидкости на тарелках путем поднятия перелив-

ных стаканов. Однако это мероприятие поведет к увеличению давления в колонне, что не всегда допустимо.

3. Прекращение возврата неастеризованного спирта в ректификационную колонну [16].

Неастеризованный спирт, как известно, содержит главным образом примеси головного характера. Возвращение части неастеризованного спирта из конденсатора ректификационной колонны в ректификационную колонну приводит к циркуляции этих примесей. Поэтому вполне логично предложение о возврате всего неастеризованного спирта на верхние тарелки элюрационной колонны или же на тарелку питания элюрационной колонны.

4. Из других методов, предложенных для улучшения элюрации, следует отметить термическую обработку спирта, практикуемую на некоторых заводах Франции, а также обработку спирта путем гидрирования водородом. Этот последний метод с успехом применяется при очистке синтетического спирта.

Термическая обработка проводится при температуре 135°С и ведет, по-видимому, к разложению некоторых соединений, придающих ректификату неприятный вкус и запах.

Гидрирование спирта преследует цель — освободить его от неопределенных соединений.

В некоторых случаях этот прием дает улучшение качества спирта (см. гл. IX).

§ 10. ХИМИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ В КОЛОННАХ И ВОЗВРАТ ЭФИРО-АЛЬДЕГИДНОЙ ФРАКЦИИ

Разнообразный химический состав примесей спирта, поступающих с бражкой или спиртом-сырцом, заставляет предполагать возможность возникновения в колоннах химических реакций. Однако до последнего времени этот вопрос не привлекал внимания исследователей.

К. А. Калунянц [17, 18] исследовал процесс образования эфиров в бражной колонне. Возможность такого процесса очевидна, так как бражка содержит свободные органические кислоты, которые, взаимодействуя со спиртами, дают сложные эфиры. Та же реакция идет и в ректификационной и элюрационной колоннах, но в значительно меньших размерах.

Экспериментально найдено, что скорость реакции этерификации уменьшается с увеличением крепости спирта, с увеличением концентрации эфиров и снижением температуры, при которой идет реакция.

В соответствии с этим Калунянц установил, что основная часть эфиров образуется при перегонке бражки, так как в бражной колонне имеется большая, чем в других колоннах, концентрация кислот и относительно меньшая концентрация

спирта. Кроме того, температура кипения в этой колонне максимальна, что также способствует этерификации.

Реакция этерификации замедляется при увеличении концентрации продуктов реакции, т. е. эфиров. Поэтому ввод эфиров в зону колонны, где идет процесс этерификации, должен задержать образование новых эфиров. Калунянц высказывает также предположение, что при введении э. а. ф. в бражную колонну часть содержащихся в ней альдегидов превращается в эфиры, усиливая тем самым торможение процесса эфиروобразования.

В соответствии с изложенными представлениями К. А. Калунянц и Г. И. Фергман [19] разработали предложение о возврате э. а. ф. из элювационной колонны на 8-ю снизу тарелку бражной колонны — в зону наиболее интенсивного эфиروобразования.

Введение э. а. ф. на эту тарелку тормозит процесс эфируобразования. Это ведет, по-видимому, к следующим результатам: этиловый спирт вываривается на нижележащих тарелках и уходит с бражными парами. Кислоты, являющиеся в этой зоне хвостовыми продуктами, уходят в барду. Альдегиды, частично

превращаясь в эфиры, поднимаются в колонне. То же происходит и с эфирами э. а. ф. Метиловый спирт как хвостовая примесь при низких концентрациях спирта направляется частично в барду.

Метод возврата э. а. ф. в бражную колонну был испытан в производстве [18, 20, 21].

На рис. XII—15 приведена схема возврата э. а. ф. на спиртовом заводе «Хуторок» [20]. На этом заводе был установлен следующий порядок работы: 70% э. а. ф. из конденсатора элювационной колонны возвращается в элювационную колонну как флегма, а остальные 30% направляются на 9-ю тарелку бражной колонны.

Периодически часть э. а. ф. выводится из цикла, составляя 0,05—0,1% от объема ректификата. Отводимый продукт является высококонцентрированной э. а. ф.

В заключение необходимо сказать о возврате э. а. ф. в бродильные чаны. Этот метод впервые предложен в гидролизной промышленности А. М. Малковым.

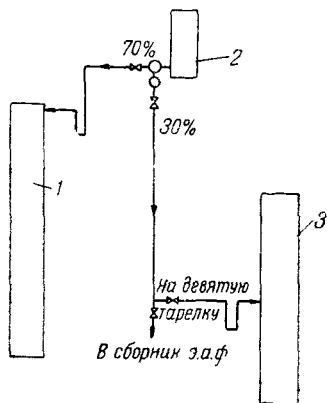


Рис. XII-15. Схема возврата э. а. ф. на спиртовом заводе «Хуторок»:

1 — элювационная колонна, 2 — конденсатор элювационной колонны, 3 — бражная колонна.

В 1955 г. С. П. Гуляев и М. Г. Столяр провели заводские опыты возврата э. а. ф. в бродильные чаны в условиях спиртовых заводов [22]. Некоторое время этот метод применялся в спиртовой промышленности, однако в настоящее время оставлен [23, 24].

§ 11. ОБ ОБРАЗОВАНИИ АЗЕОТРОПОВ НА ТАРЕЛКАХ КОЛОНН

Как этиловый спирт, так и вода образуют двойные и тройные азеотропы с некоторыми из многочисленных примесей, встречающихся в бражке.

В табл. XII—15 приведены двойные азеотропы, образуемые спиртом, а в табл. XII—16 — азеотропы, образуемые водой.

Таблица XII-15

Двойные азеотропы, образуемые этиловым спиртом и его некоторыми примесями [25]

Второй компонент	Температура кипения, °С		Массовая концентрация этилового спирта в смеси
	второго компонента	азеотропной смеси	
Метилацетат	56,95	56,9	97
Этилацетат	77,05	71,8	69,2
Ацеталь	103,6	78	76,0

Таблица XII-16

Двойные азеотропные смеси, образуемые водой с примесями спирта [25]

Второй компонент	Температура кипения		Массовая концентрация второго компонента
	второго компонента	азеотропной смеси	
Уксусноэтиловый эфир	77,1	70,4	91,3
Изопропиловый спирт	82,5	80,4	87,9
<i>n</i> -пропиловый спирт	97,2	87,7	71,7
Муравьиная кислота	100,8	107,3	77,5
Изобутиловый спирт	108	90	66,8
<i>n</i> -бутиловый спирт	117,8	92,4	62
Масляноэтиловый эфир	120,1	87,9	18,5
Изоамиловый спирт	131,4	95,2	50,4
Изовалерианоэтиловый эфир	134,7	92,2	69,8
Амиловый спирт	115	87	35
Уксусноизоамиловый эфир	142,1	99,05	64,91
Фурфурол	161,5	97,5	35
Масляная кислота	163,5	99,4	18,5

Вопрос об образовании в колоннах азеотропных смесей пока еще не изучен, однако весьма вероятно, что они образуются и играют известную роль в процессах выделения примесей.

§ 12. РАБОТА РЕКТИФИКАЦИОННОЙ КОЛОННЫ

Хотя брагоректификационные аппараты существуют более 75 лет, однако глубокое изучение их началось сравнительно недавно. Мы уже указывали в предыдущих параграфах на исследования процесса эюрации, проведенные в последние годы.

Процессы, идущие в ректификационной колонне, изучались П. С. Цыганковым [26, 27], А. С. Егоровым, В. Г. Артюховым [28], И. Ф. Малежиком [29] и другими советскими исследователями. В результате этой работы наши представления о работе ректификационной колонны значительно обогатились.

Ректификационная колонна питается спиртовой жидкостью (эюратом) или паром, в той или иной мере освобожденным от головных продуктов. Ее задача заключается: 1) в выделении из эюрата остатков головных продуктов и концентрации их; 2) в получении целевого продукта — спирта-ректификата; 3) в выделении и концентрировании хвостовых продуктов — сивушного масла и 4) в выведении кубового остатка — лютерной воды.

Таким образом, процесс в ректификационной колонне очень сложен и, следует сказать, до последнего времени мало изучен.

Поступающая в ректификационную колонну спиртовая жидкость еще очень сложна по составу. Она содержит некоторое (небольшое) количество эфиров и альдегидов, кислоты, воду, сивушное масло, количество которого составляет в среднем около $0,3 \div 0,35\%$ по отношению к выработанному спирту.

В исследованиях, проведенных на ректификационной колонне производительностью 1000 дал в сутки [28], было изучено распределение примесей по тарелкам колонны. Колонна имела 70 тарелок, из них в выварной части — 16. На рис. XII—16 представлено изменение крепости спиртовой жидкости и распределения эфиров и сивушного масла в ректификационной колонне при изменяющемся флегмовом числе или, что то же, при изменяющемся расходе пара. Флегмовое число при этом изменялось от 2,9 до 4,85.

Из рассмотрения графиков следует: крепость спирта на тарелках колонны изменяется по сложному закону, отличающемуся от линейного и сохраняющему общий характер независимо от величины флегмового числа. Конечно, с увеличением флегмового числа укрепляющий эффект тарелок возрастает и кривая располагается на графике в укрепляющей части колонны соответственно величине флегмовых чисел. В истощающей части, естественно, расположение обратное. Чем больше флегмовое число, тем меньше номер тарелки, на которой достигается высокая концентрация спирта. Обращает внимание малая эффективность трех тарелок, лежащих ниже тарелки питания. Это, по-видимому, связано с недогревом эюрата, поступающего в колонну. Истощение на остальных тарелках выварной части

идет равномерно. Наиболее интенсивное укрепление спирта идет на 10 тарелках, расположенных непосредственно над тарелкой питания. Уже на 31-й тарелке снизу крепость спирта составляет 90—92% об. Остальные 40 тарелок служат для доведения крепости до крепости продукта. К сожалению, локальные коэффициенты полезного действия не определялись. Средний же к. п. д. равен 0,45.

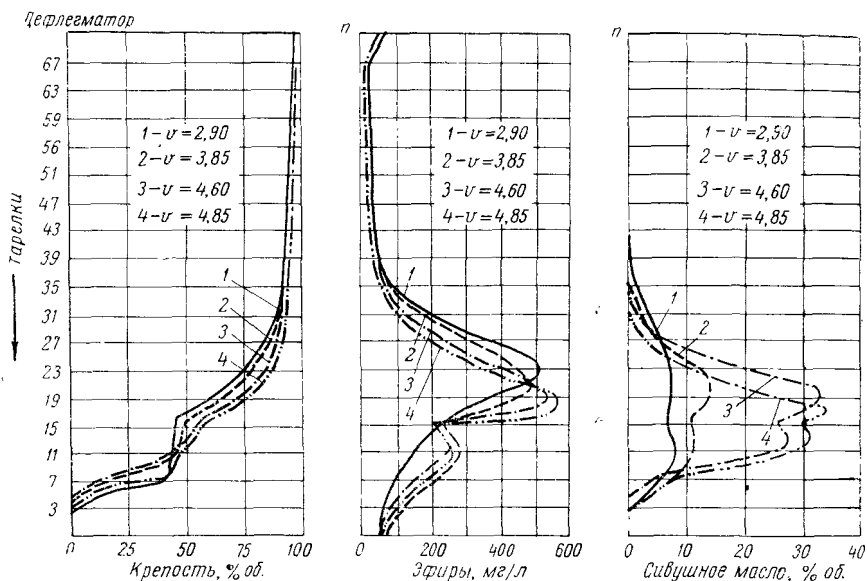


Рис. XII-16. Изменение крепости спиртовой жидкости и распределение сложных эфиров и сивушного масла в ректификационной колонне при различных флегмовых числах.

На рис. XII—16 показано также движение сложных эфиров при изменяющемся флегмовом числе.

Наивысшая концентрация эфиров достигается на 17—25-й тарелках, т. е. в зоне, лежащей непосредственно над тарелкой питания. Увеличение флегмового числа вызывает увеличение концентрации эфиров в этой зоне и приводит к сжатию зоны, в которой концентрируются эфиры. Однако часть эфиров проникает на вышележащие тарелки, при этом концентрация их имеет минимальное значение на 3—4-й тарелке, считая сверху. Это объясняется возвратом примесей с флегмой и подтверждает целесообразность выбора места отбора целевого продукта в аппаратах типа Барбэ. По-видимому, целесообразно выводить эфиры из зоны их наибольшей концентрации, что будет препятствовать их распространению по тарелкам колонны укрепления.

Наибольший интерес представляет картина распределения по тарелкам колонны сивушного масла (см. рис. XII—16). В отличие от эфиров, сивушное масло не поднимается выше 40-й тарелки. Как и в случае эфиров, увеличение флегмового числа (расхода пара) ведет к увеличению концентрации сивушного масла и сужению области распространения его по колонне.

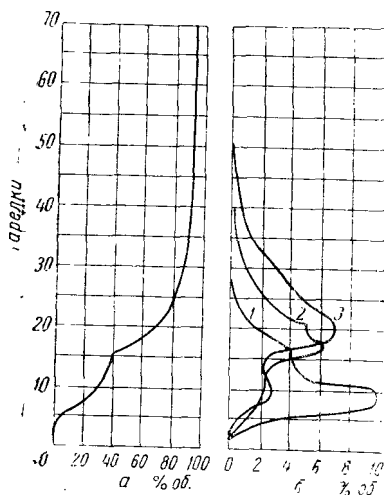


Рис. XII-17. Распределение высших спиртов в ректификационной колонне:

а — изменение крепости спиртовой жидкости в колонне, б — распределение спиртов в колонне: 1 — изоамилового, 2 — изобутилового, 3 — n-пропилового.

В. Г. Артюхов [30] исследовал также распределение высших спиртов в зоне концентрации сивушного масла, пользуясь методом газохроматографии. На рис. XII—17 показана картина распределения высших спиртов. Рассматривая рис. XII—17, можно отметить, что изобутиловый и пропиловый спирты имеют максимум концентрации, расположенный примерно на 20-й тарелке, где концентрация спирта около 70% об. Максимум концентрации изоамилового спирта лежит ниже, на 10-й тарелке, где концентрация этанола 30% об. Вероятно, можно было бы организовать в этом случае дифференцированный отбор изоамилового спирта.

На работу ректификационной колонны оказывает существенное влияние крепость элюата. Понижение крепости питания, естественно, требует увеличения флегмового числа, а следовательно, и расхода пара. В. Г. Артюхов составил график для нахождения значений флегмового числа, необходимых при получении спирта высшей очистки, в зависимости от крепости элюата (рис. XII—18). Рекомендуют [28] питать ректификационную колонну элюатом крепостью 40—45% об.; при этом флегмовое число должно быть не менее 3,25; однако, для лучшей концентрации примесей желательно его увеличение.

П. С. Цыганков [21] установил, что снижение концентрации этиората уменьшает производительность ректификационной колонны, а вместе с ней и производительность всего брагоректификационного аппарата. При снижении концентрации спирта в этиорате с 40 до 20% об. производительность колонны уменьшается примерно на 40%. Это обстоятельство хорошо видно также из уравнения для определения производительности ректификационной колонны, предложенного П. С. Цыганковым:

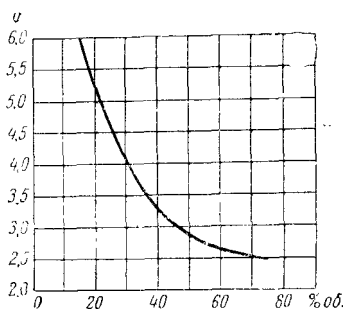


Рис. XII-18. Рабочее флегмовое число ректификационной колонны при получении спирта высшей очистки в зависимости от крепости этиората.

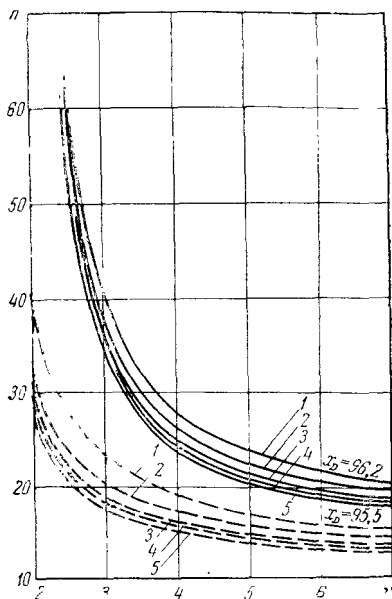


Рис. XII-19. График для определения зависимости флегмового числа v от числа тарелок n , крепости продукта x_D и крепости питания x_M % мол.:

1 — 6, 2 — 10, 3 — 20, 4 — 40, 5 — 50.

$$M = CK_1K_2 \frac{D^2 \omega \gamma}{v + 1} \text{ дал безводного спирта в сутки.}$$

Здесь

C — коэффициент, зависящий от концентрации спирта в продукте (x_D); при $x_D = 95,5\%$ об. $C = 8001$; при $x_D = 96,2\%$ об. $C = 8089$;

K_1 — коэффициент, учитывающий отбор непастеризованного спирта ($K_1 = 0,99 \div 0,95$);

K_2 — коэффициент стабильности работы аппарата ($K_2 = 0,9 \div 1$);

D — диаметр колонны, м;

γ — плотность паров дистиллята, кг/м^3 . Выбирается в зависимости от давления в верхней части колонны и концентрации паров дистиллята;

ω — допустимая скорость пара в свободном сечении колонны, *м/сек.* Находится по одной из рациональных формул, например, по формуле Киршбаума (см. главу VI),

v — флегмовое число, находится по графику (см. рис. XII—19) в зависимости от числа тарелок и их к. п. д., крепости дистиллята и питания.

Для колонны диаметром до 1,25 м к. п. д., рекомендуется брать равным 0,5, при диаметре 1,5 м — 0,45, а при диаметре 2 м — 0,4.

На графике (рис. XII—19) сплошные линии даны для $x_D = 96,2\%$ об., т. е. для спирта высшей очистки, а пунктирные — для 95,5% об., т. е. для спирта-ректификата.

График XII—19 может быть использован для ориентировочного определения изменения производительности колонны при переходе с одного вида продукта на другой.

В связи с переходом на выпуск спирта высшей очистки и спирта «экстра» серьезным вопросом становится вопрос об увеличении мощности дефлегматоров ректификационных колонн. Современный трехколонный аппарат имеет дефлегматор ректификационной колонны поверхностью 75 м². Аппарат производительностью 6000 дал спирта имеет дефлегматор поверхностью 120 м². В литературе отмечалась [31] нецелесообразность такого непропорционального сокращения поверхности нагрева. Отмечается также недостаточность поверхности нагрева дефлегматора и аппарата на 3000 дал. По-видимому, при современных требованиях к качеству спирта норма 25 м²/1000 дал спирта явно недостаточна. Вопрос этот требует изучения, но ориентировочные подсчеты показывают, что поверхность нагрева дефлегматора ректификационной колонны на 1000 дал спирта должна быть увеличена до 35—40 м².

Одним из возможных направлений развития брагоректификационных аппаратов с целью получения высококачественного спирта из любого сырья является вывод отходов без возвращения их в аппарат. Эта линия намечена уже в двухпоточном аппарате, но еще более определенно она выражена в предложениях П. С. Цыганкова и Д. Г. Юдицкого [32].

На рис. XII—20 представлена схема, предложенная Д. Г. Юдицким. Согласно этой схеме, к брагоректификационному аппарату добавляется колонна для переработки отходов [5]. В эту колонну на разные уровни направляются погоны из конденсаторов бражной, эспирационной и окончатальной колонны, а также из конденсаторов-спиртоловушек, сепаратора бражки, воздушников конденсаторов всех колонн и из спиртоловушек бродильного и дрожжевого отделений. Сюда же направляется сивушный спирт и сивушное масло.

Колонна должна иметь достаточное число тарелок, чтобы по-

лучать технический спирт крепостью 95% об. Эта же колонна должна выдавать сивушное масло. Особенностью аппарата является отсутствие в элюарационной колонне укрепляющей части.

По-видимому, такой вариант брагоректификационного аппарата обеспечит хорошее качество продукта, но неизбежно уменьшит выход спирта-ректификата и увеличит расход пара.

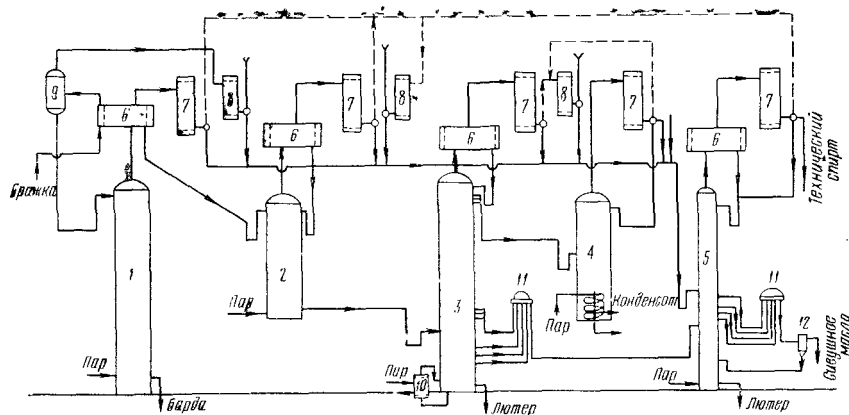


Рис. XII-20. Схема брагоректификационного аппарата с дополнительной колонной для переработки отходов:

1 — бражная колонна, 2 — элюарационная колонна, 3 — ректификационная колонна, 4 — колонна окончательной очистки спирта, 5 — колонна переработки отходов, 6 — десфлегматы, 7 — конденсаторы, 8 — конденсаторы-спиртоловушки, 9 — сепаратор углекислоты, 10 — кипятильник, 11 — эпруvette сивушной жидкости, 12 — маслоотделитель.

На наш взгляд, он может быть осуществлен и без переоборудования элюарационной колонны. Можно также сомневаться в целесообразности направления в колонну для переработки отходов сивушного масла из ректификационной колонны.

§ 13. ОТБОР СИВУШНОГО МАСЛА В БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТАХ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Сивушное масло, как это указывалось в гл. VIII, в основном представляет собой смесь предельных высших спиртов: изоамилового, изобутилового, *n*-пропилового. Состав сивушного масла и его выход зависят от того, какое сырье перерабатывается, а также от технологии переработки и физиологического состояния дрожжей. Количество сивушного масла, содержащегося как в мелассном, так и в зерно-картофельном спирте-сырце составляет около 0,2—0,4% мас. от безводного спирта.

Сивушное масло — ценный продукт, поэтому рациональная организация его отбора и дальнейшей переработки имеет большое значение.

Отбор сивушного масла

Отбор сивушного масла в первых моделях аппаратов непрерывного действия системы Барбэ предусматривался путем отвода сивушной жидкости из зоны наибольшей концентрации сивушных смесей. Позднее перешли на отбор сивушного масла в виде паров. Этот вариант отбора, вероятно, возник вследствие того, что при выводе сивушного масла в составе паров можно было направить их в холодильник, установленный в верхних этажах помещения, а дальнейшее движение конденсата организовать самотеком.

К. П. Андреев [33] и Б. Д. Метюшев [34, 35] доказывают, что сивушное масло целесообразнее отбирать в жидком виде, в составе сивушной жидкости, а не в виде пара, как это практикуется в настоящее время на большинстве аппаратов. При этом Андреев [33] рекомендует отбирать сивушную жидкость не с нескольких тарелок, а с одной, на которой содержание сивушного масла максимально. Для поддержания на тарелке, с которой ведется отбор сивушной жидкости, постоянных условий отбора рекомендуется установить на ней регистрирующий термометр и добиваться постоянной температуры на этой тарелке.

Андреев [33] рекомендует отбирать сивушную жидкость из колонны непрерывно.

Имеются предложения вести отбор периодически, с задержками. В этом случае сивушное масло накапливается в определенной зоне колонны, откуда периодически отводится.

А. А. Киров [36] указывает, что прекращение отбора сивушного масла из аппарата на некоторое время не отражается на качестве полученного ректификата и может быть применено без опасений.

Этот метод работы мало исследован и нуждается в изучении.

Выделение сивушного масла

Конденсат сивушных паров или, при отборе в виде жидкости, сивушная жидкость являются многокомпонентной смесью, состоящей из воды, этилового спирта и компонентов сивушного масла.

Дальнейшая обработка имеет целью выделение из этой сложной смеси сивушного масла.

Процесс выделения компонентов сивушного масла является процессом жидкостной экстракции. В этом процессе этиловый спирт экстрагируется водой, которая является экстрагирующей жидкостью.

Добавление воды к сивушной жидкости приводит к расслоению смеси на два слоя. Нижний слой, содержащий воду и этиловый спирт, носит название экстрактной фазы и обозначается буквой *E*. Верхний слой, содержащий в основном сивушное мас-

ло, носит название рафинатной фазы [37] и обозначается буквой *R*. Таким образом, в аппаратах для выделения сивушного масла идут два параллельных процесса: процесс экстракции этанола водой и процесс расслаивания смеси.

Основой для рассмотрения процесса экстракции является изучение взаимной растворимости компонентов смеси. Следует

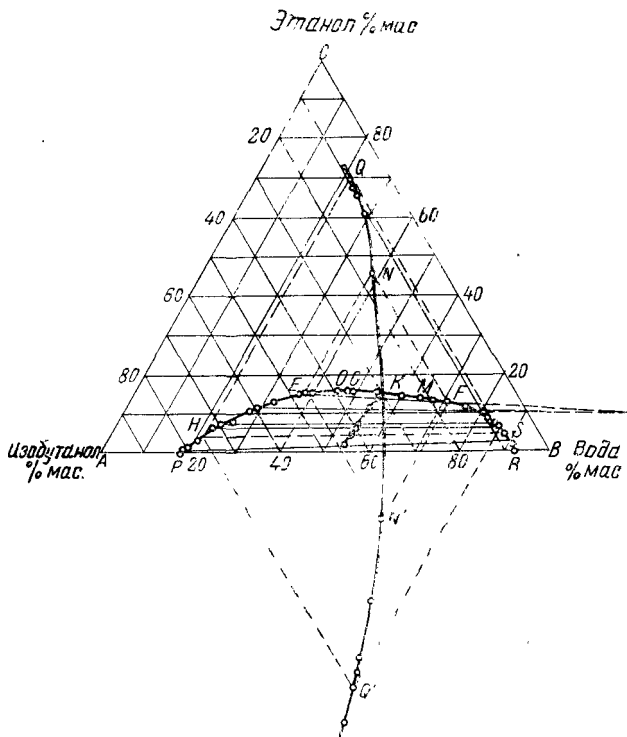


Рис. XII-21. Кривая растворимости, критическая точка смешиваемости и линия сопряжения в системе изобутанол — этанол — вода при 20° С.

отметить, что до последнего времени этот процесс был очень слабо изучен. Известны работы, проведенные в этом направлении Андреевым [33], который изучал растворимость в системах бутанол — вода — этанол и изоамилол — вода — этанол.

В КТИППе [38] проведены исследования взаимной растворимости в системах вода — этанол — высший спирт. Эти работы дают исходные данные для рассмотрения процесса экстракции этанола из сивушной жидкости и процесса расслаивания. На рис. XII—21 приведена треугольная диаграмма [38] для системы

изобутанол — этанол — вода при 20°C , построенная на основе экспериментального изучения взаимной растворимости в этой системе.

На диаграмме представлена кривая растворимости *PKR*. Зона, лежащая выше этой линии, представляет гомогенную область. Зона, лежащая ниже кривой растворимости, представляет гетерогенную область. Кривая *PKR* носит название бинадальной кривой. Линии *EF*, *HS*

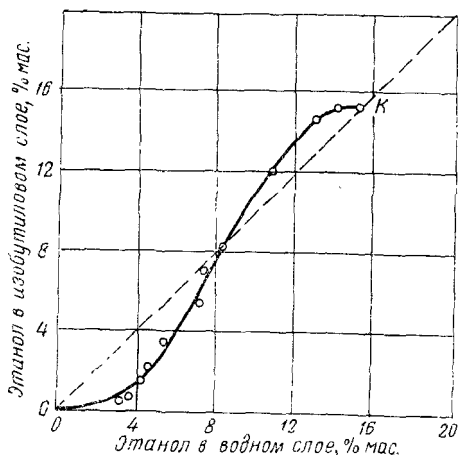


Рис. XII-22. Диаграмма равновесного распределения спирта между водным и изобутиловым слоями при 20°C . *K* — критическая точка системы изобутанол — этанол — вода.

и другие носят название линий сопряжения. Точки пересечения этих линий *E* и *F* с бинадальной кривой определяют состав сопряженных слоев расслаивающейся системы. Таким образом, точка *E* даст состав рафинатной фазы, а точка *F* — состав экстрактной фазы.

Проводя ряд сопряженных линий, поднимающихся кверху, мы приходим в точку *K*, в которой состав обеих фаз будет одинаков.

Эта точка носит название критической точки смешения. На рис. XII—21 показано также построение «соединяющей» линии Q_1KQ .

Соединяющая линия строится следующим образом. Проводя из сопряженных точек *E* и *F* линии, параллельные сторонам треугольника, получим точки их пересечения *N* и N_1 . Аналогично для точек *H* и *S* получим точки пересечения вспомогательных параллелей *Q* и Q_1 . Построив ряд таких линий и соединив их, получим соединяющую линию. Теперь при помощи этой линии, выполняя построение в обратном порядке, можно получить линии сопряжений для любой точки на бинадальной кривой. Отметим, что точки, нанесенные на линиях сопряжений, делят эти линии в том же отношении, в каком исходная смесь делится на рафинатную и экстрактную фазу.

На основе треугольной диаграммы может быть построена кривая распределения этанола между бутанолом и водой (рис. XII—22). Из рассмотрения рис. XII—22 видно, что при малых концентрациях этанола (до 8,3% мас.) он поглощается водой в относительно большом количестве. При увеличении его концентрации этанол содержится в относительно больших количествах в бутаноле.

На рис. XII—23 и XII—24 изображены изотермы растворимости в треугольной диаграмме для системы вода — изоамилол — этанол и для системы вода — бутанол — этанол, составленные К. П. Андреевым [33].

Из рассмотрения этих диаграмм можно заключить, что повышенные температуры неблагоприятно влияют на процесс расслоения, так как зона гетерогенной системы с повышением тем-

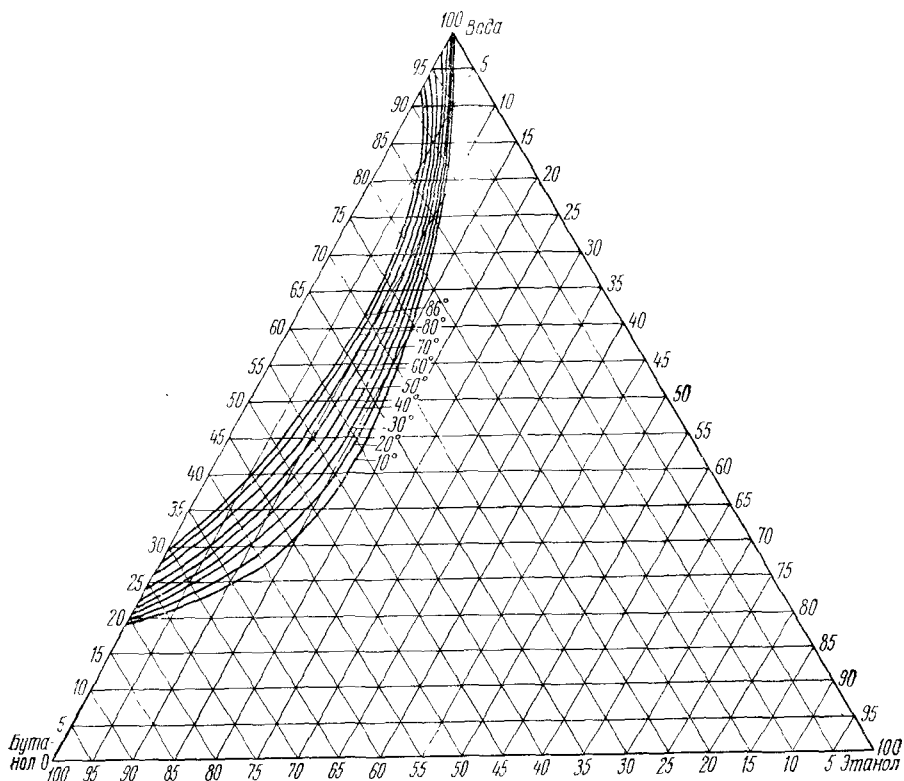


Рис. XII-23. Изотермы растворимости смеси этанол — вода — бутанол.

пературы сужается. Однако, принимая во внимание, что процесс разрушения эмульсии масла идет тем медленнее, чем ниже температура воды, рекомендуется проводить процесс экстракции и расслоения при температуре 20—25° С.

Вода, поступающая на экстракцию, не должна содержать кальциевых и магниевых солей, так как они образуют со свободными жирными кислотами, содержащимися в масле, мыло. Являясь хорошими эмульгаторами, мыла препятствуют рассло-

нию эмульсии масла и воды. Поэтому в маслоотделитель рекомендуется подавать охлажденную (25—35° С) лютерную воду.

Если принять, что пары, содержащие масло, содержат около 30% мас. этанола, то, согласно рис. XII—22, для лучшей экстракции этанола водой потребуются понизить эту концентрацию до 8%, для чего необходимо разбавить смесь водой примерно в 4—5 раз. Это совпадает с рекомендацией К. П. Андреева о разбавлении сивушной смеси водой в отношении 1 : 4 [39].

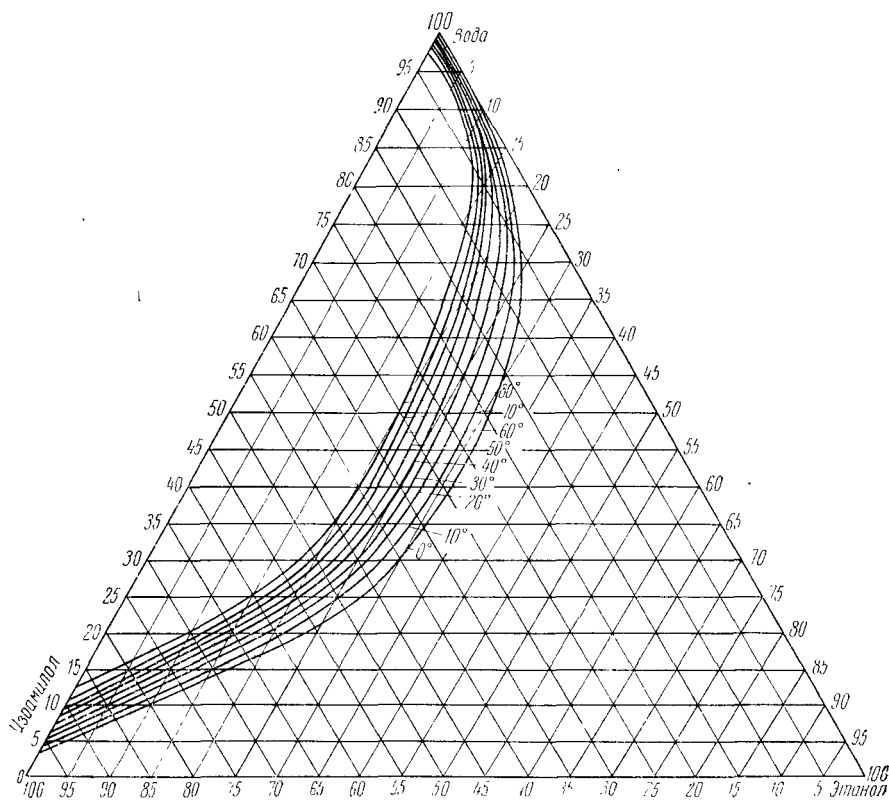


Рис. XII-24. Изотермы растворимости смеси этанол — вода — изоамилол.

В. Ф. Суходол [38] установила, что на технологические показатели водной экстракции сивушного масла оказывает значительное влияние состав исходных сивушных концентратов, отбираемых из колонны.

Для успешного проведения экстракции необходимо, чтобы в исходной смеси содержалось максимальное количество сивушного масла и минимальное — этилового спирта.

На графике XII—25 показана зависимость выхода сивушного масла от содержания в исходной смеси этанола и сивушного масла.

График составлен для случая подачи на экстракцию оптимального количества воды [38]. Из рассмотрения графика видно, что хороший выход сивушного масла (более 70%) может быть получен при содержании в смеси не более 10—20% мас. этанола и не менее 20—30% мас. высших спиртов.

Что касается оптимального расхода воды (S_0), необходимого для получения сивушного масла, то на основании исследований, проведенных ею, В. Ф. Суходол предложила график для нахождения S_0 (рис. XII—26).

На графике, построенном в треугольной диаграмме, проведены линии оптимального расхода воды при $t = 20^\circ \text{C}$. Способ пользования графиком следующий. По заданному составу исходной смеси находим ее точку на графике. Линия, проходящая через эту точку, даст расход воды. График построен из предположения, что сивушное масло имеет следующий состав: высшие спирты 80% мас., этанол 5,6% мас., вода 14,4% мас.

График вместе с тем указывает ту область концентраций компонентов, при которой возможна экстракция сивушного масла.

Выделение сивушного масла проводится в маслоотделителях различных типов. Их можно разделить на две группы: безнасадочные и насадочные. Безнасадочный маслоотделитель простейшего типа известен более 50 лет и долгое время без существенных изменений был единственным типом маслоотделителя. Позднее появился второй тип маслоотделителя, в котором разделение происходит также за счет силы тяжести, однако для лучшего отделения масла от воды и лучшего экстрагирования спирта из масла применяется насадка из цилиндрических колец.

Такой аппарат с насадкой (в разрезе) показан на рис. XII—27.

Аппарат состоит из цилиндрического корпуса *в*, снабженно-го четырьмя эпруветками *б*, *г*, *д*, *е*. Работа аппарата проте-

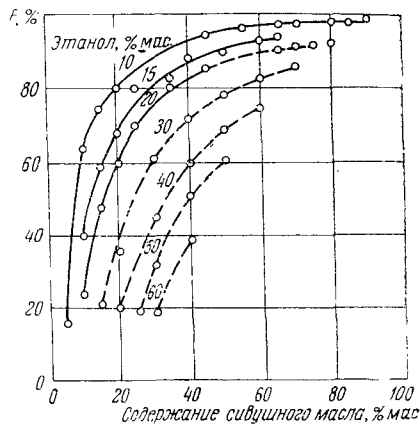


Рис. XII-25. Выход сивушного масла (в %) в зависимости от состава исходных гетерогенных (—) и гомогенных (---) тройных смесей при однократной волной экстракции сивушного масла и оптимальном расходе воды.

кает следующим образом. Сивушная жидкость и вода входят через отверстия 1 и 2 в трубчатый стеклянный смеситель *a*. Образующаяся смесь через эпруvetteк *b* и трубку 4 поступает на расслоение в резервуар маслоотделителя. Эмульсия вводится под сетку, на которую насыпаны кольца диаметром и высотой 30 мм. Проходя через насадку, сивушное масло поднимается

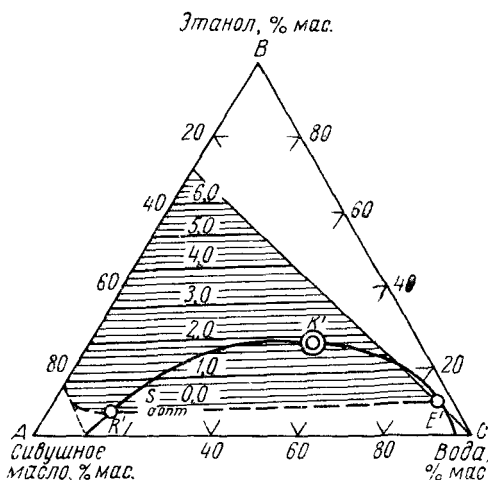


Рис. XII-26. Оптимальный расход воды при однократной экстракции сивушного масла из спирто-водных сивушных смесей при 20° С.

вверх как более легкая жидкость. Водно-спиртовой раствор опускается вниз и отводится из конической части резервуара *a* через трубу 5 и эпруvetteк *d*. Сивушное масло, поднимаясь через насадку, промывается водой, поступающей через эпруvetteк *g* и трубу, оканчивающуюся кольцевым барботером. Таким образом, слой насадки служит не только для содействия расслаиванию, но и для экстракции этанола водой. Масло отводится по трубе 9 и эпруvetteк *e*.

Сетка, через которую поступает смесь воды и сивушной жидкости, имеет 130 отверстий диаметром 3,2 мм. Проходя через сетку, смесь еще более основательно перемешивается.

В описанном выше насадочном маслоотделителе четко разделены отдельные операции процесса: эмульгирование, экстрагирование и расслоение.

Встречаются и другие разновидности маслоотделителей, однако все они отличаются от описанных только деталями.

Количество воды, идущей на маслоотделитель, по данным различных авторов, колеблется от 2 до 4 объемов на 1 объем сивушной жидкости. Мы уже указывали, что К. П. Андреев [33]

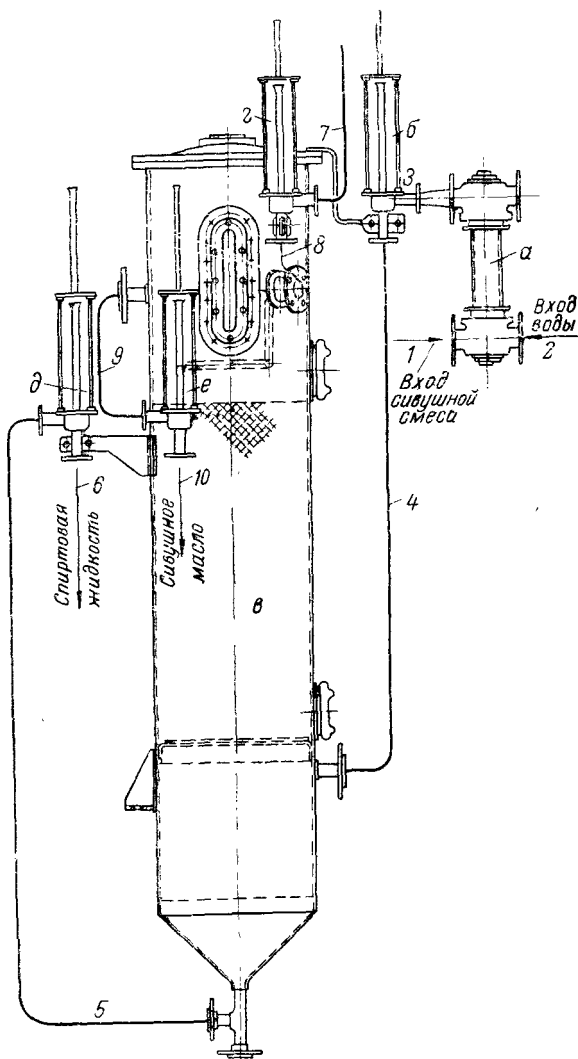


Рис. XII-27. Маслоотделитель. Общий вид установки:

a — смотровой трубчатый смеситель, *б* — эпруvette сивушной эмульсии, *в* — маслоотделитель, *г* — эпруvette воды для промывки сивушного масла, *д* — эпруvette слабоградусного спирта, *е* — эпруvette сивушного масла; *1* — вход сивушной смеси в смотровой трубчатый смеситель *a*, *2* — вход воды в смеситель *a*, *3* — отвод сивушной эмульсии в эпруvette *б*, *4* — отвод слабоградусного спирта в маслоотделитель *в*, *5* — отвод слабоградусного спирта в эпруvette *д*, *6* — отвод из эпруvette *д* слабоградусного спирта в колонну, *7* — вода в эпруvette *г* для промывки сивушного масла, *8* — впуск воды из эпруvette *г* в барботер маслоотделителя, *9* — сивушное масло из маслоотделителя *в* в эпруvette *е*, *10* — сивушное масло из эпруvette *е* в сборник сивушного масла.

рекомендует четырехкратное количество воды, что примерно совпадает с результатами исследования В. Ф. Суходол [38, 40].

А. Г. Полищук [40] провел наблюдения на Львовском и Станиславском заводах. На Львовском заводе масло промывают лютерной водой при температуре 40° С, на Станиславском — водопроводной водой при температуре 15° С.

Результаты наблюдений приведены в табл. XII—17.

Т а б л и ц а XII—17

Результаты наблюдений за работой маслопромывателей

Продукт	Крепость, % об.	Содержание сивушного масла, % об.	Содержание воды % об. на 100 л алкоголя ¹	Расход, % к объему полу- ченного сиву- шного масла
Львовский завод				
Жидкость, поступающая в смеситель	52,3	20,2	51,4	380
Жидкость после смесителя	28,9	20,2	73,7	
Сивушное масло	88,3	—	13,8	
Жидкость, возвращаемая в колонну	13,8	7,2	87,3	
Станиславский завод				
Жидкость, поступающая в смеситель	70	15	33,4	560
Сивушное масло	88,3	—	13,8	
Жидкость, возвращаемая в колонну	4,8	1,4	95,3	

¹ Определено с учетом сжатия смеси.

По расчетам А. Г. Полищука, на Львовском заводе возвращается в колонну 9,45 дал промывной жидкости на каждый декалитр получаемого сивушного масла, а на Станиславском — 10,9 дал. Возврат промывной воды, содержащей малый процент спирта, конечно, затрудняет работу колонны и ведет к дополнительному расходу пара на ректификацию.

Обработка сырого сивушного масла

Если получаемое на маслоотделителе сивушное масло не отвечает требованиям стандарта, то его подвергают дополнительной обработке водой и поваренной солью и перегонке в кубовых аппаратах.

Промывка сырого сивушного масла водой имеет целью более полное экстрагирование этанола и других примесей высших спиртов, составляющих масло.

В целях наилучшего отделения масла от воды для промывки рекомендуется [41] применить горячую лютерную воду (50—70° С), подкисленную электролитом (например, H_2SO_4).

Обработка солью проводится в аппаратах, называемых концентраторами сивушного масла. Такой концентратор показан на рис. XII—28.

Он представляет собой цилиндрический сосуд с коническим дном. В нижней части его установлена решетка. На решетку кладут редкую ткань, а на нее насыпают слой крупной соли высотой до 1 м. Сырое сивушное масло поступает через трубу под решетку и поднимается через слой соли в верхнюю часть цилиндра, откуда отводится по трубе. В присутствии соли расслоение воды и масла происходит более интенсивно и водно-спиртовой раствор опускается на дно сосуда, откуда и отводится.

Для перегонки нестандартного сивушного масла применяются кубовые аппараты без дефлегматора (рис. XII—29). При перегонке в головной фракции отходит вода и этиловый спирт.

Имеются предложения о разгонке сивушного масла на периодически действующих ректификационных аппаратах с отбором высших спиртов [16]. Если сивушное масло загрязнено смазочными минеральными маслами [42], то после отбора головной фракции отбирают сивушное масло.

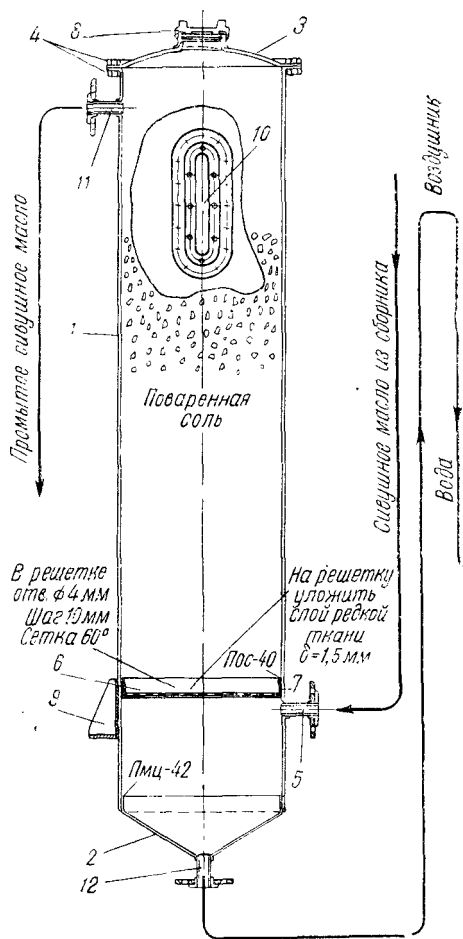


Рис. XII-28. Концентратор сивушного масла:

1 — обочайка, 2 — коническое днище, 3 — крышка, 4 — фланцы, 5 — штуцер для ввода сивушного масла, 6 — решетка, 7 — опорное кольцо для решетки; 8 — люк регарда, 9 — опорная лапа, 10 — смотровое стекло, 11 — штуцер для отвода концентрированного сивушного масла, 12 — штуцер для отвода жидкости, выделившейся из сивушного масла.

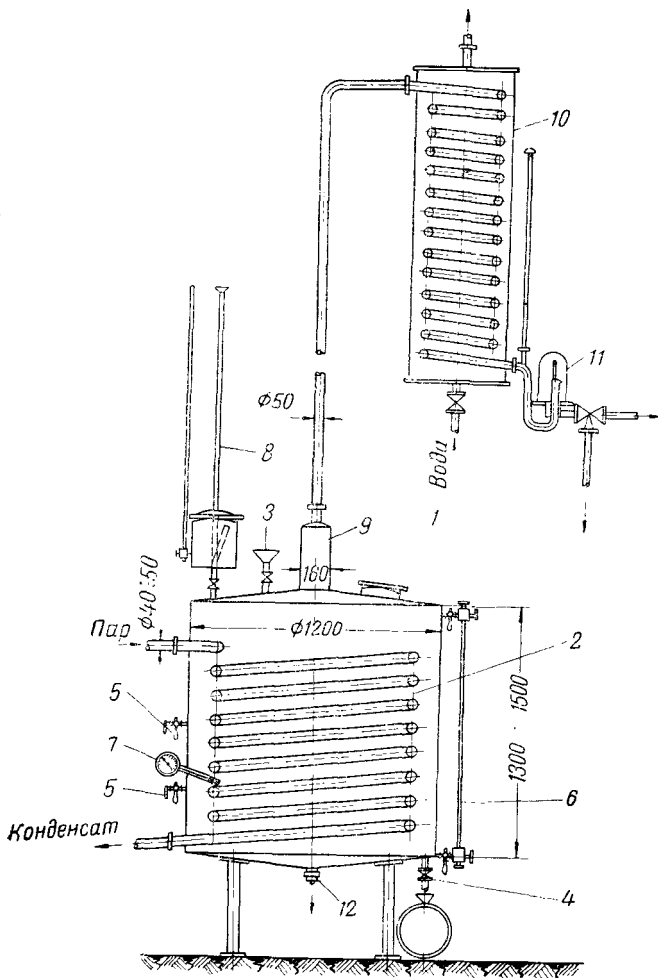


Рис. XII-29. Установка для перегонки нестандартного сивушного масла:

1 — куб емкостью 100—150 дал, 2 — змеевик, 3 — загрузочная воронка, 4 — спускной кран стандартного сивушного масла, 5 — пробные краники, 6 — водомерное стекло, 7 — термометр, 8 — вакуум-прерыватель, 9 — колпак, 10 — холодильник, 11 — фонтан, 12 — кран для спуска из куба грязи и минеральных масел.

Остаток в кубе составляют смолистые вещества и минеральные масла.

Для того чтобы избежать повторной перегонки, на ряде заводов (Липецкий и др.) введена очистка сивушного масла гидродинамическим перемешиванием без добавления соли и кислоты.

При интенсивном перемешивании встречно направленными струями образуется высокодисперсная эмульсия сивушного масла в воде, что позволяет отмыть масло от примесей. Перемешивание длится 15—30 мин, отстаивание 16—20 ч [43].

Возврат промывной воды

Как мы видели, промывная вода содержит некоторое количество этилового спирта и высших спиртов. В частности, с промывной водой почти полностью возвращаются пропиловый и изопропиловый спирты, растворимые в воде.

На большинстве аппаратов промывные воды возвращаются в выварную часть ректификационной колонны, что ведет к накоплению в ней сивушного масла и к ухудшению качества ректификата.

С точки зрения качества спирта-ректификата было бы целесообразно отказаться от возвращения промывных вод в колонну.

А. Г. Полищук [40] предложил на меласных спиртовых заводах использовать промывные воды для рассиропки мелассы, что вполне целесообразно с теплотехнической точки зрения, так как позволяет уменьшить расход пара на ректификацию и способствует стабилизации работы аппарата. Проверка в лабораторных и производственных условиях влияния возвращенной промывной жидкости на ход брожения показала, что добавление промывной жидкости не влияет на выход спирта, но отрицательно сказывается на выходе дрожжевой массы.

Возврат промывной жидкости уменьшает пенообразование, так как сивушное масло, содержащееся в ней, оказывает пеноподавляющее действие.

Имеются предложения возвращать промывные воды на тарелку, лежащую выше точки отбора сивушного масла. Вопрос этот имеет общий характер. Тот или иной продукт следует возвращать по возможности в ту зону, где состав примерно одинаков с составом возвращаемого продукта. При возврате промывной жидкости на тарелку, лежащую выше точки отбора, мы, конечно, указанное правило не соблюдаем, что нарушит работу аппарата.

Представляет значительный интерес вопрос о применении сепараторов для выделения сивушного масла из водно-сивушно-спиртовых жидкостей. А. Г. Забродский с сотрудниками [44] про-

водил опыты разделения водно-сивушных эмульсий на молочном сепараторе. Опыты показали, что при помощи сепаратора удается разделить эмульсию и получить доброкачественный продукт при небольшой затрате труда. Однако более перспективным было бы использование для этой цели трубчатой сверхцентрифуги.

Отбор крепкого сивушного спирта

Под «крепким сивушным спиртом» понимают промежуточные продукты, отбираемые обычно с нижних тарелок укрепляющей части ректификационной колонны и с верхних тарелок истощающей части этой колонны.

Сивушный спирт имеет крепость около 70—80% об. и содержит много промежуточных примесей, главным образом эфиров. Установлено, что в крепком сивушном спирте содержится значительное количество пропилового спирта.

Сивушный спирт бесцветен и имеет запах грушевой эссенции, обусловливаемый присутствием в нем уксусноизоамилового эфира. Сивушный спирт отбирают в жидком виде в количестве до 1% об. от введенного в аппарат алкоголя.

Дальнейшее направление сивушного спирта может быть различным. На многих заводах эту фракцию возвращают в элюрационную колонну, что нельзя считать целесообразным, так как это приводит к циркуляции промежуточных продуктов в аппарате.

Наиболее целесообразно выводить концевые сорта из аппарата. Сивушный спирт может быть присоединен к э. а. ф. для выделения его компонентов на специальной установке. Наличие в нем пропилового спирта делает его ценным продуктом, заслуживающим отбора и дальнейшей переработки.

Следует заметить, что на некоторых аппаратах сивушный спирт отбирается в виде пара, что менее целесообразно по причине, указанной в гл. VIII.

Имеются предложения [45] направлять сивушный спирт в паровой фазе в элюрационную колонну, вводя его в паровую трубу, подающую греющий пар из ректификационной колонны в элюрационную. С целесообразностью этого предложения нельзя согласиться по трем причинам:

1) состав крепкого сивушного спирта резко отличается от состава паров в нижней части элюрационной колонны;

2) выравнивание давления на различных тарелках ректификационной колонны, которое произойдет при таком соединении трубопроводов, нецелесообразно;

3) остается не ясным, куда же уйдут промежуточные продукты, если их не отводить из колонны? По-видимому, только в лютер, что нецелесообразно.

§ 14. РАБОТА СИВУШНОЙ КОЛОННЫ

В настоящее время в промышленности наряду с трехколонными аппаратами работают также аппараты, имеющие сивушные колонны. Назначение этих колонн Н. И. Гладилин [2] видит в том, чтобы освободить промежуточные примеси от сивушного масла и увеличить концентрацию хвостовых примесей.

Однако сивушная колонна имеет и другое назначение: она должна обеспечить работу ректификационной колонны. Дело заключается в том, что в случае работы без сивушной колонны примеси концентрируются в ректификационной колонне. Это приводит к тому, что в колонне образуются зоны с высокой концентрацией сивушного масла и промежуточных примесей. Это может привести к увеличению содержания этих примесей в ректификате.

Для задержки примесей необходимо иметь выше зоны их концентрации значительное число тарелок, содержащих жидкость с высокой концентрацией спирта.

Если же аппарат имеет сивушную колонну, то количество отводимых в нее из ректификационной колонны продуктов таково, что концентрация сивушного масла на тарелках ректификационной колонны значительно (в 3—5 раз) уменьшится [46] и опасность проникновения примесей в ректификат исчезнет.

К тому же, следует учесть положительное влияние отвода сивушного масла из ректификационной колонны на положение кривой равновесия этанол — вода. С. В. Львов [47] на основании опытов А. Б. Коврайской указал, что в присутствии высших спиртов кривая равновесия этанол — вода проходит ниже, чем в их отсутствие, и что при увеличении концентрации высшего спирта в тройной смеси кривая равновесия опускается ниже.

Это же было подтверждено опытами, проведенными в КТИППе (48).

Отсюда следует, что процесс ректификации смеси этанол — вода будет тем более затруднителен, чем выше концентрация высших спиртов на тарелках колонны. С этой точки зрения также целесообразно выводить из ректификационной колонны на сивушную продукт, содержащий высшие спирты, в относительно большем количестве.

Таким образом, сивушная колонна разгружает ректификационную колонну от хвостовых и промежуточных примесей и облегчает ее работу.

Сивушная колонна конструируется по аналогии с ректификационной колонной. Так, в одном из проектов Гипроспиртвино ректификационная колонна имеет 70 тарелок, сивушная — 57 плюс аккумулятор, т. е. почти столько же, сколько и ректификационная. При этом в истощающей части сивушная колонна имеет 17 тарелок, а ректификационная 16. Различие заключает-

ся только в том, что диаметр ректификационной колонны 2 м, а сивушной 0,9 м.

В соответствии с назначением сивушная колонна питается из ректификационной и эспурационной колонны.

Типовая схема движения продуктов, связанных с сивушной колонной, показана на рис. XII—30.

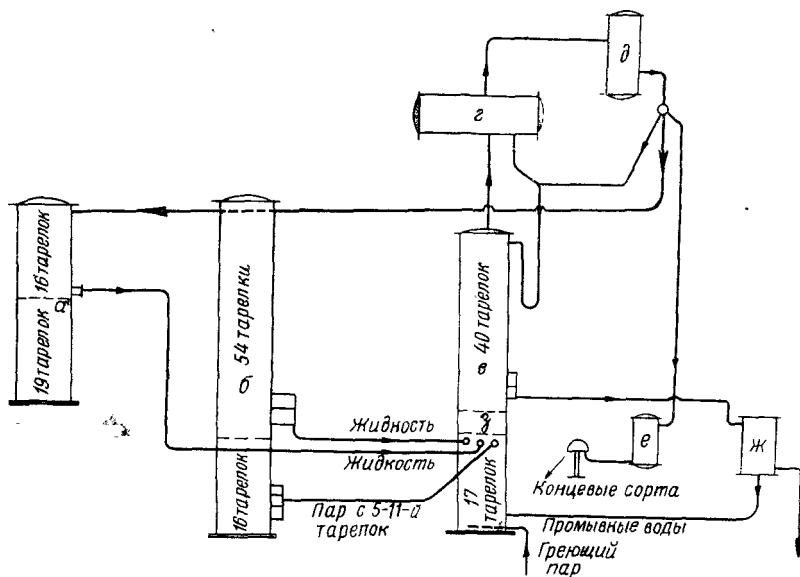


Рис. XII-30. Принципиальная схема питания и отбора из сивушной колонны:

а — эспурационная колонна, б — ректификационная колонна, в — сивушная колонна.
 з — дефлегматор, д — конденсатор, е — холодильник концевых сортов, ж — узел маслоотделения, з — аккумулятор.

Из рисунка видно, что из ректификационной колонны в сивушную поступают сивушные пары и промежуточные продукты, из эспурационной — промежуточные продукты, а из узла маслоотделения — промывная жидкость (на 6-ю снизу тарелку источника части сивушной колонны).

Поступающие продукты истощаются на 17 тарелках сивушной колонны и из нижней части колонны отходит лютерная вода. Основной продукт отводится из сивушной колонны, как и из ректификационной, в жидкой фазе, с тарелок, а именно: с нижних тарелок укрепляющей части сивушной колонны отводится сивушная жидкость. Мощная укрепляющая часть сивушной колонны имеет 40 тарелок. Назначение их — создать барьер для сивушного масла. В верхней части колонны отбирается через конденсатор концевой сорт, выводимый из колонны. Часть головных продуктов сивушной колонны направляется из ее

конденсатора на верхнюю тарелку эвпорационной колонны, подобно тому, как в эту колонну возвращается непастеризованный спирт из ректификационной колонны.

Рассматривая схему рис. XII—30, нельзя не прийти к выводу, что сивушная колонна повторяет работу ректификационной. При этом уже выделенные ранее продукты в ней вначале смешиваются, а затем разделяются. Поэтому рассмотренная схема нецелесообразна.

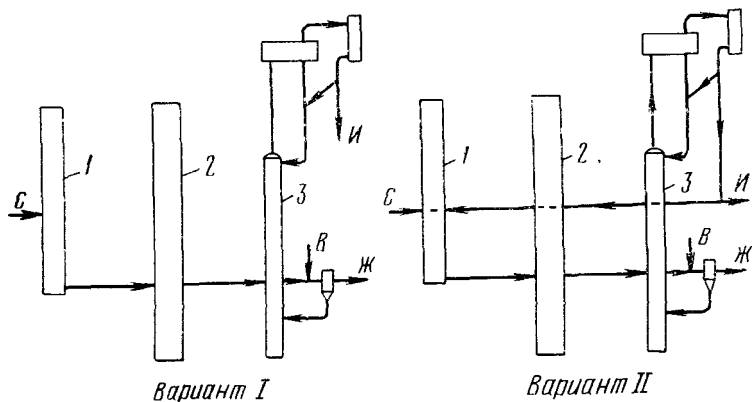


Рис. XII-31. Варианты подключения сивушной колонны:
1 — эвпорационная колонна, 2 — ректификационная колонна, 3 — сивушная колонна, с — питание эвпорационной колонны, в — подача воды, ж — отвод сивушного масла.

П. С. Цыганков [46], проанализировав возможные схемы подключения сивушных колонн, пришел к заключению, что наиболее целесообразно включение сивушной колонны по одной из следующих схем (рис. XII—31).

В этих случаях функции колонны ограничиваются двумя задачами: облегчение работы ректификационной колонны и концентрирование сивушного масла.

При этом в варианте I (см. рис. XII—31) головной продукт сивушной колонны на эвпорацию не возвращается. По-видимому, для получения высококачественного ректификата это целесообразно. С этой же целью было бы целесообразно отказаться от возврата в сивушную колонну промывных вод из маслопромывателя.

§ 15. КОЛОННА ОКОНЧАТЕЛЬНОЙ ОЧИСТКИ

В числе других мероприятий, предложенных для улучшения качества ректификата, необходимо отметить предложения об установке колонны окончательной очистки. Колонна окончательной очистки — не новинка в технике ректификации.

В аппаратах системы Гильома они являются необходимым элементом. В первоначальном варианте схемы Гильома в эту колонну поступал спирт, отбираемый из дефлегматора ректификационной колонны; в дальнейшем в колонну окончательной очистки стали направлять спирт с верхних тарелок ректификационной колонны.

Назначение колонны окончательной очистки заключается в том, чтобы выделить оставшиеся в крепком спирте головные продукты, особенно альдегиды. Эти примеси, проникая с элюратом в ректификационную колонну, частично остаются в ректификате и могут ухудшить его дегустационные качества. Обладая более высоким коэффициентом ректификации, чем этанол, они могут быть выделены из ректификата при кипячении на тарелках выварной колонны. Для этой цели устраивают колонну, имеющую 15—20 выварных тарелок и около 10 концентрационных, предназначенных для концентрирования выделяемых головных примесей.

Колонна снабжается дефлегматором. Нетрудно заметить, что в такой форме колонна окончательной очистки является дополнительной элюрационной колонной, работающей при высокой концентрации спирта. При этом ректификат, освобожденный от головных примесей, как и элюрат в элюрационной колонне, отводится из нижней части колонны. Чтобы он не разбавлялся конденсатом, колонну обогревают глужим паром.

Верхний продукт, отбираемый в количестве 0,5—1% об. от количества ректификата, либо отводится в верхнюю часть элюрационной колонны, либо выводится из аппарата и присоединяется к э. а. ф.

Как указывает Н. И. Гладилин [2], расход пара на эту колонну составляет от 2 до 5 кг на 1 дал безводного спирта.

П. С. Цыганков и А. П. Николаев провели теоретический анализ работы колонны окончательной очистки [49]. Они пришли к заключению, что при расходе пара 5 кг на 1 дал спирта при 10 теоретических тарелках (примерно 20 реальных) могут быть удалены следующие примеси: уксуснометиловый и уксуспоэтиловый эфиры, уксусный альдегид, акролен и метиловый спирт.

Таким образом, колонна окончательной очистки может принести существенную пользу в том случае, если элюрационная колонна по тем или иным причинам не выделяет указанные примеси полностью.

Описанный тип колонны окончательной очистки, получивший свое начало в аппарате Гильома, не является единственно возможным. Имеются предложения о введении колонны окончательной очистки другого типа, которая работает по принципу ректификационной. Такие предложения были сделаны В. П. Грязновым [4] и В. С. Кунеевским [50].

На рис. XII—32 показана колонна окончательной очистки, предложенная В. П. Грязновым. Аналогичная колонна предложена В. С. Кунеевским. Различие заключается в том, что готовый продукт отбирается в виде жидкости с трех верхних тарелок концентрационной части колонны. Головные продукты отбираются через конденсатор и отводятся в элюрационную колонну. В этой колонне окончательной очистки отбираются и хвостовые продукты, которые направляются в ректификационную колонну.

Таким образом, этот второй тип колонны окончательной очистки полностью повторяет работу ректификационной колонны, с той лишь разницей, что в колонну поступает водно-спиртовая смесь высокой крепости и с малым содержанием примесей.

По мнению УкрНИИСПа, использование колонн окончательной очистки в качестве элюрационных оправдывается только на зерно-картофельных заводах, где для полного удаления метанола требуется элюрация крепких спиртовых растворов. При ректификации же мелассного спирта УкрНИИСП рекомендует применение колонн окончательной очистки, работающих по принципу ректификационных. При этом должно быть обеспечено полное удаление промежуточных примесей и твердого осадка¹.

К сожалению, опыт эксплуатации колонн окончательной очистки еще мало изучен, однако имеются данные, свидетельствующие об улучшении показателей ректификата при введении колонн окончательной очистки; содержание эфиров и кислот уменьшается; улучшается проба на окисляемость, повышаются дегустационные качества.

А. П. Пахалов и Н. Г. Положенцева [51], изучая процесс ректификации спирта, получаемого из сахарной свеклы, пришли к

Таблица XII-18
Эффект удаления метанола на колонне окончательной очистки

Показатели	Спирт-ректификат	
	из ректификационной колонны	из колонны окончательной очистки
Крепость, % об.	96,5	96,5
Содержание кислот, мг/л	18	15
Содержание эфиров, мг/л	44	13,2
Альдегиды, % об.	Следы	Нет
Сивушное масло, % об.	0,0005	Нет
Метанол, % об.	0,3	Выдерживает
Проба на окисляемость, 1 мин	24	36

¹ А. С. Егоров. Сб. «Совершенствование процесса ректификации спирта». НИИ научно-технической информации, Киев, 1968.

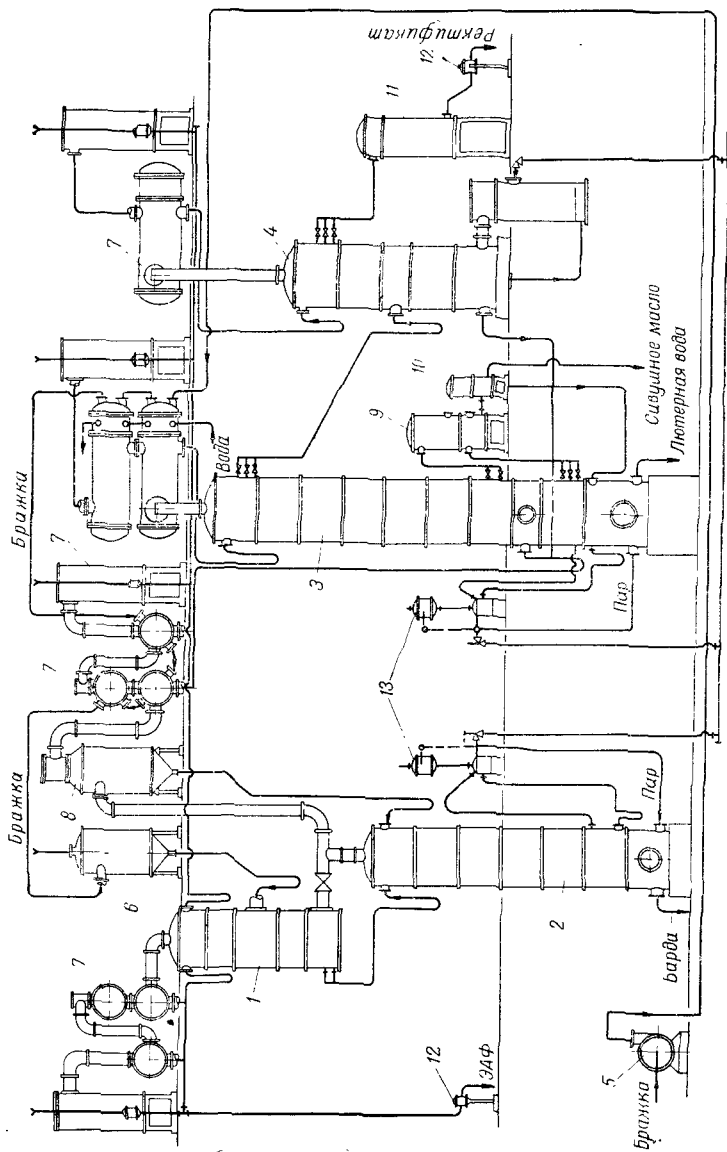


Рис. XII-32. Схема брагоректификационного аппарата:

1 — эспираторная колонна, 2 — бражная, 3 — ректификационная, 4 — окончательная, 5 — бражной насос, 6 — сепаратор углекислого газа, 7 — теплообменник, 8 — бражная ловушка, 9 — холодильник сивушного спирта и сивушного масла, 10 — декантатор сивушного масла, 11 — холодильник ректификованного спирта, 12 — спиртовые регуляторы, 13 — паровые регуляторы.

выводу о целесообразности установки колонны окончательной очистки для обеспечения максимального выделения метанола. Как указывалось в главе VIII спирт, получаемый из сахарной свеклы, характеризуется повышенным содержанием метанола.

Как показали исследования Андреева и других, метанол является хвостовым продуктом при концентрации этанола ниже 34% об. При высоких концентрациях этанола метанол имеет ясно выраженный головной характер. При концентрациях этанола 95—97% об. коэффициент ректификации метанола достигает значения 1,7 и он является примесью головного характера.

Поэтому при установке колонны окончательной очистки, питаемой ректификатом из ректификационной колонны с высокой крепостью по этанолу, выделение метанола как головной примеси идет весьма эффективно.

Авторы [51] приводят следующие данные о составе спирта-ректификата, полученного при установке колонны окончательной очистки (табл. XII—18).

Колонна, применявшаяся авторами, имела 18 тарелок, ректификат подавался на 12-ю снизу гарелку. Обогревалась колонна через поверхность нагрева. Спирт-ректификат отводился из кубовой части колонны.

§ 16. СЕПАРАЦИЯ БРАЖКИ

Для нормального протекания процесса ректификации необходимо возможно полнее удалить углекислоту из бражки, поступающей в аппарат. Сепараторы углекислоты, устанавливаемые для этой цели, представляют собой цилиндрические сосуды с тангенциальным вводом бражки. При вводе бражки в этот сосуд из него выделяется углекислота, а освобожденная бражка поступает в аппарат.

На рис. XII—33 показана схема одного из типов сепараторов. Сепарация бражки изучалась В. А. Домарецким [52] и

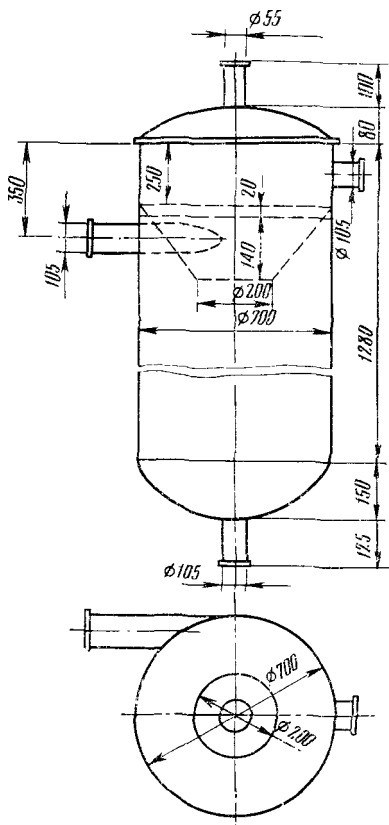


Рис. XII-33. Сепаратор бражки аппарата производительностью 3000 дал/сутки. Емкость 0,43 м³.

Ф. А. Хшановским [53]. Установлено, что сепарация идет тем эффективнее, чем выше температура бражки. Так, при прочих равных условиях при $t=90^{\circ}\text{C}$ количество удаляемой CO_2 в 3,7 раза больше, чем при $t=30^{\circ}\text{C}$.

Чтобы сепарация бражки проходила эффективно, необходимо иметь достаточный объем сепаратора. Опытами Ф. А. Хшановского установлено, что на 100 дал/ч производительности аппарата необходимо иметь около $0,35\text{ м}^3$ емкости сепаратора. Для эффективной работы сепаратора имеет значение место ввода бражки и его устройство.

Рекомендации по конструированию сепаратора даны в упомянутой выше статье [53].

§ 17. РАСХОД ПАРА НА БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ

Расход пара на аппарат является одним из важных факторов, определяющих экономичность работы аппарата. На величину расхода пара влияют многие факторы: крепость бражки, крепость и качество ректификата, количество и качество примесей, причем влияние последнего фактора очень трудно учесть.

Расход пар зависит также от типа аппарата, числа тарелок в колоннах и их конструкции. Многообразие факторов, влияющих на расход пара, затрудняет его определение.

Поэтому в настоящее время мы можем говорить только об ориентировочных значениях расхода пара на тот или иной аппарат.

Н. И. Гладилин [2] рекомендовал для ориентировочных подсчетов следующие данные о расходе пара (в кг) на 1 дал спирта-ректификата I сорта при средней крепости бражки 80% об.

Ориентировочный расход пара на 1 дал спирта

Трехколонный прямого действия	28
Трехколонный полупрямого действия	38—42
Четырехколонный полупрямого действия	47—53
Пятиколонный полупрямого действия	50—58
Трехколонный косвенного действия	42—45

По-видимому, под ректификатом I сорта Н. И. Гладилин подразумевает ректификат крепостью 95,5% об., следовательно, речь идет не о спирте высшей очистки.

Рассматривая приведенные выше данные, можно установить что с увеличением числа колонн возрастает и расход пара. Поэтому при выборе аппарата следует отдавать предпочтение аппаратам с меньшим числом колонн, конечно, при условии, что они обеспечивают выпуск стандартного продукта.

Что касается типа аппарата, то, если исходить из приведен-

ных выше данных, то наиболее экономичным следует признать аппарат прямого действия.

Аппараты полупрямого и косвенного действия при одном и том же числе колонн почти не отличаются по расходу пара. Это вполне естественно, так как различие в расходе пара может быть только в эшпорационной колонне. Если это различие и есть, то оно не настолько значительно, чтобы существенно отразиться на общем расходе пара.

За последнее время опубликован ряд исследований по определению расхода пара в аппаратах различного типа. Так, в 1953 г. было проведено испытание [7] трехколонного брагоректификационного аппарата косвенного действия на Липецком заводе. Аппарат имел производительность 1500 дал безводного спирта в сутки и работал на зерно-картофельной бражке. Результаты испытания представлены в виде помограммы.

Расход пара может быть также представлен уравнением

$$P = 25,6 + \frac{500}{P} + \frac{6000}{K_6 P} + \frac{395(K_c - 95,5)^2}{P} \text{ кг/дал безводного спирта} \quad (\text{XII-3})$$

В этом уравнении P — удельный расход нормального пара на 1 дал безводного спирта; P — часовая производительность аппарата, дал безводного спирта; K_6 — крепость бражки, % об.; K_c — то же, спирта-ректификата.

Эта формула пригодна для определения расхода пара в трехколонных аппаратах косвенного действия в пределах изменения P от 35 до 70 дал безводного спирта в час при крепости бражки от 6,5 до 8,5% об. и крепости спирта от 95,5 до 96,5% об.

УкрНИИСП и КТИПП провели испытания трехколонного брагоректификационного аппарата косвенного действия в отношении расхода пара на Мироцком спиртовом заводе при получении спирта высшей очистки крепостью 96,2% об. [54]. Полученные данные сведены в табл. XII—19.

Таким образом, по результатам испытаний на Мироцком заводе при переработке нормального сырья (зерносмеси) расход пара значительно выше, чем указывает Гладилин для трехколонного аппарата косвенного действия. Это становится понятным, если учесть, что данные Гладилина относятся к расходу пара при получении спирта-ректификата крепостью 95,5% об.

По данным испытания другого трехколонного аппарата прямого действия [7], при крепости спирта 96,5% об. удельный расход пара составил 50,8 кг/дал безводного спирта и 57,2 кг/дал при крепости 96,3% об.

Среди результатов испытаний на Липецком заводе имеется расход пара в 62,4 кг/дал при крепости спирта 96,1% об. Таким

Расход пара (в кг) на трехколонный брагоректификационный аппарат косвенного действия

Колонны	При непрерывном отборе э. а. ф.		При задержке э. а. ф.	
	на 1 дал спирта	на 100 кг бражки	на 1 дал спирта	на 100 кг бражки
Бражная	26,5	21,3	25,0	21,3
Эпюрационная	11,4	8,9	10,1	8,4
Ректификационная	23,0	18,0	21,9	18,2
Суммарный расход пара на аппарат	60,9	48,2	57,0	47,9

образом, данные, полученные на Липецком заводе, близки к полученным на Мироцком заводе.

Расход пара на многоколонные аппараты, как указывает Гладиллин [2], больше, чем на трехколонный аппарат. Однако некоторые результаты заводских определений расхода пара противоречат этому. Так, И. М. Чагин [55] указывает, что расход пара на пятиколонный брагоректификационный аппарат при получении спирта крепостью 96—96,2% об. составил только 55,0 кг/дал безводного спирта. Этот расход не выше, чем расход пара, замеренный на трехколонных аппаратах при получении спирта высшей очистки.

Резюмируя все сказанное о расходе пара на брагоректификационные аппараты, можно отметить, что этот вопрос требует дальнейших уточнений.

§ 18. РАСХОД ВОДЫ НА БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ

Расход охлаждающей воды на дефлегматоры и конденсаторы брагоректификационных аппаратов находится в прямой связи с расходом пара, так как большая часть тепла, вводимого с греющим паром, поглощается водой в дефлегматорах и конденсаторах. Если принять ориентировочно, что полное теплосодержание греющего пара равно 640 ккал, то из этого количества тепла с конденсатом уходит около 100 ккал, прочее же тепло должно быть унесено охлаждающей водой.

Вода, поступающая в аппарат, в зависимости от времени года и источника ее получения может иметь различную температуру. При расчете принимают ее равной максимальной температуре водоема. Вода, отходящая из дефлегматоров непрерывно действующих аппаратов, имеет температуру 70—75° С. В табл.

ХII—20 приведен ориентировочный расход воды на брагоректификационные аппараты [7].

Т а б л и ц а ХII-20
Расход воды на брагоректификационные аппараты
 (при температуре поступающей воды 15°С)

Тип аппарата	Расход воды, кг/дал безводного спирта в ректификате крепостью	
	95,5% об.	96,5% об.
Трехколонный прямого действия	160	210
Трехколонный полупрямого действия . .	300	330
Четырехколонный полупрямого действия	370	430
Пятиколонный полупрямого действия . .	400	460
Трехколонный косвенного действия . . .	330	360
Двухпоточный при получении спирта высшей очистки *	—	387 [57]

Определения расхода воды на трехколонный аппарат прямого действия на Липецком спиртовом заводе [55] подтверждают в общем данные Гладилина для этого аппарата.

По данным Чагина [55], для пятиколонного аппарата расход воды составляет 540 кг на 1 дал спирта, следовательно, здесь также нет существенного расхождения с данными Гладилина.

§ 19. НЕКОТОРЫЕ ДАННЫЕ О РАСХОДНЫХ ХАРАКТЕРИСТИКАХ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

В этом параграфе мы проведем сопоставление расходных характеристик (по пару и воде) отечественных и зарубежных аппаратов. К сожалению, это сопоставление может быть только весьма ориентировочным, так как данные о расходных характеристиках зарубежных аппаратов иногда носят рекламный характер. Кроме того, не всегда точно известны крепость и качество получаемого и исходного продукта, для которого в литературе или в каталогах приводятся расходные характеристики.

Расход пара и воды на отечественные аппараты также не всегда точно известен, так как замеры на производстве проводятся редко и не систематически.

Данные о расходе пара и воды приведены в табл. ХII—21.

Сопоставляя расходы пара и воды, приведенные в табл. ХII—21, мы можем заметить, что они имеют очень широкие пределы колебаний. Как и следовало ожидать, минимальный расход пара и воды имеют аппараты прямого действия. Аппараты косвенного действия, применяемые в нашей промышленности, расходуют больше пара и воды, чем аппараты прямого действия.

Мы имеем также возможность сопоставить отечественные

Расход пара и воды

Тип аппарата, место установки	Расход на 1 дал безводного спирта		Примечание
	пара, кг	воды, м ³	
Четырехколонный косвенного действия. Андрушевский спиртзавод	70	0,75—1,0	Расход дан по сведениям, полученным на заводе, для получения спирта высшей очистки
Трехколонный брагоректификационный косвенного действия. Мирозкий спиртзавод. Спирт высшей очистки 96,0%	60,9	0,36	Расход пара дан по непосредственным данным. Расход воды — по данным Н. И. Гладилина и С. П. Колоскова
Трехколонный брагоректификационный. Липецкий завод. Крепость спирта 96,1% об.	62,4	—	Данные С. П. Колоскова и А. Ф. Комарова
Прямого действия четырехколонный W ₂ и U ₂ фирмы Лепаж-Урбэйн. Крепость продукта 96—97% об. Питание 3—10% об.	50,5	—	По данным каталога фирмы
Прямого действия четырехколонный фирмы КАФЛ (же-Трансфер), по данным фирмы крепость продукта 96,2%	48,0	0,72 обычная вода + 0,265 умягченная. Всего = 0,985	По данным фирмы
Американский трехколонный косвенного действия с двукратным использованием пара. Крепость спирта 95% об.	21,6	—	По данным фирмы
Шестиколонный косвенного действия фирмы Вулкан V-3 без применения вакуума. Крепость продукта 96% об.	124	4,55	По данным фирмы, полученным в 1946 г.
Четырехколонный фирмы Вулкан V-1	60	0,91	—
Пятиколонный фирмы Вулкан V-2	115	4,55	—
Чешский трехколонный аппарат прямого действия	35,4	—	По литературным данным (Цыганков П. С.)
Трехколонный аппарат косвенного действия (ЧССР)	43,0	—	Литературные данные (Дир)
Двухпоточный аппарат. Спирт высшей очистки	45,6	0,387	По литературным данным (В. П. Грязнов)

аппараты с зарубежными по съему продукта (считая на безводный спирт) с 1 м³ объема колонн за час.

Четырехколонный аппарат производительностью 6000 дал/сутки Гипроспиртвино (косвенного действия)	2,12
Трехколонный аппарат производительностью 2000 дал/сутки Гипроспиртвино (косвенного действия)	2,58
Трехколонный аппарат фирмы Спейшим производительностью 4000 дал/сутки (прямого действия)	2,42
Пятиколонный аппарат фирмы Баджер производительностью 5200 дал/сутки (косвенного действия)	1,43
Четырехколонный аппарат фирмы Вулкан V-1 производительностью 5000 дал/сутки (полупрямого действия)	1,35

§ 20. ПЕРЕХОД К НОВОМУ СТАНДАРТУ И МЕРОПРИЯТИЯ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩИЕ ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА СПИРТА

Повышенные требования нового стандарта, предъявляемые к качеству спирта-ректификата, ставят перед ректификационными цехами спиртовых и ликеро-водочных заводов новые и очень сложные задачи.

Всесоюзный семинар по ректификации спирта, состоявшийся в июне 1967 г., подвел итоги теоретической и практической работы в области ректификации, и одобренные его участниками рекомендации являются существенным вкладом в практику ректификации.

Прежде всего рекомендации указывают на необходимость загружать аппараты в соответствии с их номинальной (проектной) мощностью. Форсировать работу аппаратов в целом и отдельных колонн запрещается. Это требование вытекает из теории и практики работы ректификационных аппаратов. Каждая колонна рассчитывается, исходя из оптимальных условий ее работы. При этих условиях обеспечивается оптимальный раздельный эффект тарелок (максимум к. п. д.). Увеличение нагрузки ведет к увеличению брызгоуноса, ухудшению условий слива, уменьшению к. п. д. тарелок и в конечном счете к ухудшению качества спирта.

Рекомендуется также обратить серьезное внимание на качество греющего открытого пара. Это особенно важно на заводах, где качество питающей воды для котлов низкое. Следует отметить, что в этом случае желателен переход на закрытый обогрев. Обращается внимание на тщательную сепарацию углекислоты и рациональную установку спиртоловушек. Для этой цели рекомендуется ставить отдельные спиртоловушки для ректификационной колонны и колонны окончательной очистки. Погоны из спиртоловушек выводить из цикла и направлять в сборники э. а. ф.

Обращается особое внимание на диаметр трубопроводов, идущих к спиртоловушкам и отводящих углекислоту из сепараторов. Одним из существенных недостатков в организации работы на мелассных заводах, имеющих цеха для производства хлебопекарных дрожжей, является подача промывных вод на бражную колонну. Это нарушает работу колонны аппарата. Рекомендуется устанавливать дополнительные (нулевые) колонны для отгонки спирта из промывных вод.

Кроме этих общих рекомендаций, имеются также указания, касающиеся работы отдельных колонн.

Для бражных колонн рекомендуется питание бражкой при температуре не менее 75°C .

Мы видели (глава V, § 6), что высокий нагрев бражки перед поступлением ее в колонну технологически и экономически целесообразен. Для эспирационной колонны предлагается усилить процесс очистки спирта путем изменения места ввода питания. Рекомендуется увеличить число выварных тарелок за счет концентрационных. Число выварных тарелок в колоннах, имеющих 40 тарелок, увеличивается до 25—30, а в колоннах, имеющих 30 тарелок, до 20—22.

Это мероприятие должно улучшить выварку эспирата и уменьшить крепость спирта на тарелках концентрационной части, тем самым облегчить выделение головных и промежуточных продуктов.

Для увеличения эффективности эспирации рекомендуется увеличить расход пара на эспирацию до 8—10 *кг/дал* спирта. В связи с этим потребуются увеличить поверхность теплообмена дефлегматора эспирационной колонны.

Обогрев эспирационной колонны рекомендуется проводить обособленно (не через ректификационную колонну). Было бы, разумеется, желательно и здесь ввести закрытый обогрев, но это не всегда возможно.

Рекомендуется также вводить непастеризованный спирт только на верхние тарелки концентрационной части колонны, а отбор э. а. ф. проводить только непрерывно в количестве 3,5% от выработанного спирта.

Устанавливаются высокие требования к качеству эспирата, для чего рекомендуется установить в нижней части колонны пробоотборник.

В эспирате допускаются только следы альдегидов; метанола не более 0,03%.

Для ректификационной колонны рекомендуются некоторые мероприятия, обеспечивающие получение спирта «экстра».

Так, рекомендуется непрерывный отбор крепкого сивушного спирта в количестве 0,3—0,7% с 17—25-й тарелок. Этот продукт должен быть выведен из цикла и направлен в э. а. ф. При выработке спирта «экстра» рекомендуется также устанавливать

над зоной отбора ректификата дополнительную царгу с четырьмя — шестью тарелками.

Для окончательной очистки спирта при выработке спирта высшей очистки и спирта экстра рекомендуется использовать колонну окончательной очистки.

Устанавливается расход пара на колонну окончательной очистки: 5—6 кг/дал для зерно-картофельных заводов и 3 кг/дал для мелассных. При этом предусматривается закрытый обогрев при помощи кипятильников. Колонна окончательной очистки снабжается дефлегматором и конденсатором. Непастеризованный спирт, отбираемый из конденсатора, на зерно-картофельных заводах направляется в сборник э. а. ф. Количество его для этих заводов в зависимости от содержания метанола колеблется от 0,3 до 0,6%; на мелассных спиртовых заводах этот продукт рекомендуется направлять на верхнюю тарелку элюационной колонны. Отмечается, что сивушные колонны должны быть использованы только по прямому назначению. Питание их предусматривается сивушными парами, отбираемыми с 7—9-й тарелок (снизу) ректификационной колонны и крепким сивушным спиртом, отбираемым в жидком виде с 17, 19 и 21-й тарелок.

Отбор из обеих зон проводится в равных количествах по 1,5—2,5%.

Рекомендуется расход пара на сивушную колонну 6—8 кг/дал выработанного спирта.

Погон из конденсатора сивушной колонны рекомендуется направлять на одну из тарелок верхней царги элюационной колонны.

Сивушное масло отбирать по мере накопления из аккумуляторной царги колонны в маслопромыватели с непрерывным притоком воды.

Рекомендации регламентируют также размеры некоторых элементов брагоректификационных аппаратов (табл. XII—22).

Т а б л и ц а XII-22

Рекомендуемые размеры элементов

Производительность аппарата, дал/сутки	Диаметры коммуникации, мм		Поверхность теплообмена, м ²		
	от сепаратора CO ₂ до конденсатора	от конденсаторов к спиртоволушкам	дефлегматор колонны окончательной очистки	кипятников окончательной колонны, не менее	дефлегматоров сивушной колонны
1000	30	20	10—15	5	—
2000	30	25	15—20	10	10—12
3000	50	25	25—35	15	16—20
6000	70	32	40—50	25	32—36

ЛИТЕРАТУРА

1. Ситников А. П. «Пищевая промышленность», 1929, № 2.
2. Гладилли Н. И. Руководство по ректификации спирта. Пищепромиздат, 1952.
3. Богданов Ю. П., Грязнов В. П., Ржечицкая Г. В. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 1.
4. Грязнов В. П. «Спиртовая промышленность», 1958, № 7.
5. Богданов Ю. П., Грязнов В. П. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1965, № 7.
6. Терновский Н. С., Грязнов В. П. «Спиртовая промышленность», 1960, № 4.
7. Колосков С. П., Комаров А. Ф. Теплословое хозяйство и тепловая аппаратура спиртовых заводов. Пищепромиздат, 1959.
8. Цыганков П. С. «Харчова промисловість», 1962, № 2.
9. Висневская Г. Л., Егоров А. С., Сокольская Е. В. Труды УкрНИИСПа. Вып. 5, 1959.
10. Висневская Г. Л., Егоров А. С., Сокольская Е. В. Труды КФ ВНИИСПа. Вып. 4, 1957.
11. Марийе Ш. Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Спбтехиздат, 1934.
12. Цыганков П. С. Труды КТИППа. Вып. 19, 1958.
13. Цыганков П. С. «Известия вузов. Пищевая технология», 1962 № 2.
14. Грязнов В. П., Калунянец К. А., Ржечицкая Г. В. «Спиртовая промышленность», 1958, № 3.
15. Сибирцев А. И. «Спиртовая промышленность», 1958, № 5.
16. Фертман Г. И., Калунянец К. А. Труды ВНИИСПа. Вып. VI, 1958.
17. Калунянец К. А. «Спиртовая промышленность», 1957, № 3.
18. Калунянец К. А. Исследование условий образования эфиров в процессах перегонки бражки и ректификации спирта. Автореферат кандидатской диссертации КТИПП, 1959.
19. Фертман Г. И., Калунянец К. А. «Спиртовая промышленность», 1957, № 6.
20. Петров А. В. «Спиртовая промышленность», 1959, № 8.
21. Цыганков П. С. Исследование брагоректификационных аппаратов, работающих под атмосферным давлением. Автореферат диссертации. КТИПП, 1965.
22. Гуляев С. П. «Спиртовая промышленность», 1960, № 4.
23. Пыхова С. В., Яровенко В. Л., Скалкина Е. П., Лазарева А. Н. Труды ЦНИИСПа. Вып. VII, 1959.
24. Пахалов А. П., Ржечицкая Г. В. Труды ЦНИИСПа. Вып. VIII, 1959.
25. Стабников В. М., Мальцев П. М., Ройтер I. М., Метюшев Б. Д. Этиловый спирт. Держтехвидав УРСР, 1959.
26. Цыганков П. С. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 8.
27. Цыганков П. С. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1965, № 3.
28. Артюхов В. Г., Егоров А. С., Березникова Д. С. «Спиртовая промышленность», 1965, № 5.
29. Цыганков П. С., Маложик И. Ф. «Известия вузов. Пищевая технология», 1964, № 2.
30. Артюхов В. Г. Исследование и совершенствование режима выделения концевых примесей этилового спирта в процессе его ректификации. Автореферат диссертации. КТИПП, 1966.
31. Гельфенштейн А. Б. «Спиртовая промышленность», 1963, № 4.
32. К итогам конкурса на тему: «Усовершенствование брагоректификационных и ректификационных аппаратов», «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 6.

33. Андреев К. П. Очистка гидролизного и сульфитного спиртов от сивушных масел. Отчет ВНИИГСа за 1951 г.
34. Метюшев Б. Д. Труды КТИППа. Вып. 15, 1955.
35. Метюшев Б. Д. «Известия вузов. Пищевая технология», 1960, № 4.
36. Киров А. А. Аппараты для ректификации спирта. Пищепромиздат, 1940.
37. Альдерс Л. Жидкостная экстракция. ИЛ., 1957.
38. Суходол В. Ф. Водная экстракция сивушного масла на спиртовых заводах, перерабатывающих мелассу и зерно-картофельное сырье. Автореферат диссертации. КТИПП, 1966.
39. Андреев К. П., Воробьев С. П. «Гидролизная промышленность», 1944, № 2.
40. Полищук А. Г. «Известия вузов. Пищевая технология», 1959, № 5.
41. Хшановский Ф. А. «Спиртовая промышленность», 1965, № 3.
42. Хшановский Ф. А. «Спиртовая промышленность», 1954, № 3.
43. Иванов А. И., Акименко И. С., Меркин В. Г., Смотрич Б. А. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1965, № 4.
44. Забродский А. Г., Лацимирский Ф. Т. Труды УкрНИИСПа. Вып. VI, 1960.
45. Ирюпин В. Г. «Спиртовая промышленность», 1958, № 6.
46. Цыганков П. С. Новые технологические схемы брагоректификационных и ректификационных аппаратов. ЦИНТИпищепром, 1962.
47. Львов С. В. Некоторые вопросы ректификации бинарных и многокомпонентных смесей. Изд-во АН СССР, 1960.
48. Метюшев Б. Д., Книгогтова Е. И. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1965, № 8.
49. Цыганков П. С., Николаев А. П. «Спиртовая промышленность», 1959, № 5.
50. Кунеевский В. С. «Спиртовая промышленность», 1957, № 4.
51. Пахалов А. П., Положенцева Н. Г. Труды ЦНИИСПа. Вып. XII, 1962.
52. Домарецкий В. А. Влияние температуры бражки и оптимизация работы бражной колонны в спиртовом производстве, Автореферат диссертации. КТИПП, 1966.
53. Хшановский Ф. А. «Ферментная и спиртовая промышленность», 1966, № 5.
54. Висневская Г. Л., Стабников В. Н. Труды КФ ВНИИСПа. Вып. 4, 1958.
55. Чагин И. М. «Спиртовая промышленность», 1953, № 3.
56. Фертман Г. И., Семевская В. Е. «Спиртовая промышленность», 1962, № 3.
57. Грязнов В. П. Практическое руководство по ректификации спирта. Изд-во «Пищевая промышленность», 1968.

ПОЛУЧЕНИЕ АБСОЛЮТНОГО ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Получаемый обычными методами ректификации этиловый спирт не может содержать более 95,7% мас. спирта, так как эта величина отвечает содержанию его в азеотропе, образуемом спиртом с водой при нормальном давлении.

В большинстве случаев в народном хозяйстве используется этиловый спирт с содержанием воды 4,43% мас. или несколько больше. Однако для некоторых целей требуется этиловый спирт, практически не содержащий воды, например, для лакокрасочной, фармацевтической, косметической и парфюмерной отраслей промышленности.

Абсолютный спирт находит применение в промышленности органического синтеза [1]; он широко применяется также в лабораторной практике.

Согласно техническим условиям, установленным 6/XII 1937 г., абсолютный спирт должен удовлетворять следующим условиям: крепость не менее 99,7% об., содержание альдегидов не более 5 мг на 100 г спирта, содержание органических кислот в пересчете на уксусную не более 1 мг на 100 мл. Спирт не должен содержать сухого остатка, минеральных кислот, щелочей и фурфурола. Цвет — полностью прозрачный, неокрашенный. Спирт не должен иметь посторонний запах и вкус.

Не следует смешивать два понятия: безводный и абсолютный спирт. Последний, как мы видим, может и не быть безводным.

Абсолютный спирт, образующий устойчивые смеси с бензином, получил широкое распространение в ряде зарубежных стран как моторное топливо. Установлено, что добавление абсолютного этилового спирта к бензину повышает антидетонационные свойства моторного топлива, что позволяет применять более высокие степени его сжатия.

Для удовлетворения потребности в абсолютном этиловом спирте создан ряд способов его производства с общим названием: абсолютирование этилового спирта.

§ 1. КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ АБСОЛЮТИРОВАНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Известно несколько методов получения абсолютного спирта:

- 1) при помощи связывания воды твердыми водосвязывающими материалами на холоду;
- 2) с применением жидких водосвязывающих веществ;
- 3) с применением методов, основанных на явлениях азеотропизма [2];
- 4) с применением растворов солей, смещающих азеотропную точку (солевое абсолютирование);
- 5) использование явления диффузии паров через пористые перегородки [3];
- 6) абсолютирование под вакуумом.

Из перечисленных методов абсолютирования спирта метод обезвоживания при помощи твердых водоотнимающих средств получил применение в лабораторных условиях. Так, например, применяя негашеную известь, можно получить абсолютный спирт, так как вода поглощается известью с образованием гидрата окиси кальция.

Аналогичное действие оказывают хлористый кальций, уксуснокислые соли калия и натрия, гипс.

Обезвоживание спирта при помощи твердых водоотнимающих веществ использовалось и в промышленных масштабах, однако широкого распространения оно не получило. Не получил также широкого применения метод обезвоживания при помощи жидких водопоглотителей (глицерин). Применяя чистый глицерин [4], получают спирт крепостью 99,2% об. Применяя глицериновые растворы обезвоживающих солей (CaCl_2 , K_2CO_3), получают спирт крепостью 99,9—100%, однако и этот метод не получил распространения [5], как и метод обезвоживания, основанный на различной скорости диффузии паров спирта и воды через мембраны, и перегонка под вакуумом.

Наибольшее промышленное значение имеет обезвоживание азеотропным методом. Перспективен также и метод абсолютирования при помощи солевой ректификации [1], разработанный Л. Л. Добросердовым. На этих двух методах мы в дальнейшем остановимся.

§ 2. АЗЕОТРОПНЫЙ МЕТОД ОБЕЗВОЖИВАНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Большинство промышленных установок за границей и в Советском Союзе, производящих абсолютный спирт, работают азеотропным методом с применением в качестве третьего компонента бензола.

В тройной смеси вода — бензол — этанол образуется ряд азеотропов (табл. XIII—1).

Т а б л и ц а XIII-1
Азеотропы смеси этанол — бензол — вода

Компоненты	Состав азеотропа, % мас.			Температура кипения, °С
	спирт	вода	бензол	
Этанол — вода	95,57	4,43	—	78,15
Бензол — вода	—	8,83	91,17	69,25
Этанол — бензол	32,4	—	67,6	68,25
Этанол — бензол — вода	18,5	7,4	74,1	64,85

Как видно из данных табл. XIII—1, наименьшую температуру кипения имеет тройная смесь этанол — бензол — вода. Поэтому первоначально при ректификации водно-спиртовой смеси в присутствии бензола будет уходить как головной продукт этот тройной азеотроп с температурой кипения 64,85°С.

Этот азеотроп уносит всю имеющуюся в перегоняемой системе воду, однако количество ее не должно быть велико. Поэтому водно-спиртовой раствор, поступающий на абсолютирование, должен содержать не менее 80% мас. спирта.

В результате перегонки в нижней части колонны получается абсолютный этиловый спирт, который является в этом случае хвостовым продуктом, отбираемым в нижней части колонны.

На рис. XIII—1 изображена принципиальная схема аппарата для абсолютирования этилового спирта. Поступающая на обезвоживание водно-спиртовая смесь подвергается в ректификационной колонне *a* перегонке в присутствии бензола. Тройной азеотроп поступает в дефлегматор *b*, где конденсируется. Часть конденсата возвращается в колонну как флегма, а другая часть поступает в холодильник *в* и декантатор *г*.

В отстойном сосуде *г* охлажденная смесь расслаивается на два слоя. Верхний слой беден водой и имеет следующий состав (в % мас. при 15°С); этиловый спирт 13,3, бензол 85,0, вода 1,7. Состав нижнего слоя: спирт 49,7, бензол 9, вода 41,3. Практически состав слоев может колебаться в значительных пределах.

Слой, богатый бензолом, возвращается обратно в колонну, а нижний слой поступает в промывательный сосуд *д* для промывки водой. При этом в промывателе отделяется бензол, нерастворимый в воде, а слабоградусный спирт направляется в обезвоживающую колонну *е*. В верхней части этой колонны отбирается спирт крепостью до 94% мас., который направляется в колонну *a*. В нижней части колонны отбирается лютерная вода.

Е. А. Вовк исследовал процесс абсолютирования в аппарате, работавшем по рассмотренной схеме и состоявшем из двух колонн: ректификационной *a* и обезвоживающей *e* [6].

В ректификационную колонну поступал спирт-ректификат крепостью 96—96,5% об. Колонна имела 63 тарелки. Бензол поступал на 10-ю тарелку сверху. При установившейся работе в колонне обнаруживаются 3 зоны.

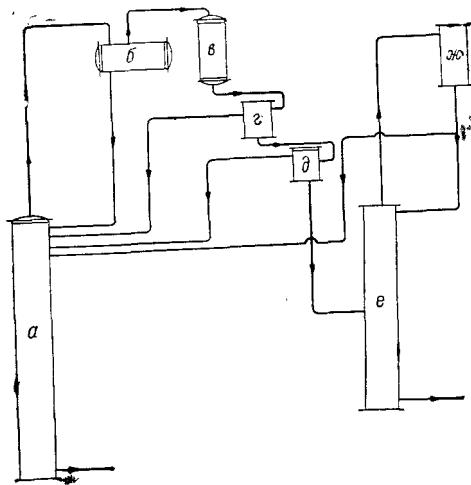


Рис. XIII-1. Принципиальная схема аппарата для абсолютирования спирта:

a — ректификационная колонна, *б* — дефлегматор, *в* — холодильник, *г* — декантатор-отстойник, *д* — промывательный сосуд, *e* — обезвоживающая колонна, *ж* — дефлегматор.

Верхняя, к которой относятся 10 верхних тарелок. На тарелках этой зоны находится тройная азеотропная смесь. Однако состав ее несколько отличен от состава тройной смеси, указанной в табл. XIII—1 — содержание спирта в ней колеблется в пределах 68—74% мас.

Средняя зона охватывает 30 тарелок — с 11-й (сверху) до 41-й. В этой зоне на тарелках содержится бинарная смесь из бензола и спирта. Крепость спирта на этих тарелках очень высока (97—99,9% мас.).

Третья зона охватывает 22 нижние тарелки колонны. На тарелках этой зоны идет выделение бензола из спирто-бензольной смеси. На нижних тарелках этой зоны кипит абсолютный спирт, отводимый из колонны.

Обезвоживающая колонна этой установки также имела 63 тарелки. Нижний слой из декантатора, богатый водой, направлялся на 40—43-ю тарелку, считая сверху.

§ 3. КОМБИНИРОВАННЫЙ АППАРАТ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ АБСОЛЮТНОГО СПИРТА

Описанная выше схема обезвоживания спирта требует питания спиртом высокой крепости. Он может быть получен непосредственно из бражки на аппарате той или иной конструкции.

Рассмотрим схему комбинированного брагоректификационного аппарата полупрямого действия и двухколонного аппарата для обезвоживания спирта [7].

Этот аппарат может вырабатывать как обычный спирт-ректификат, так и абсолютный спирт (рис. XIII—2). Не останавливаясь на устройстве брагоректификационного аппарата, которое понятно из схемы, рассмотрим работу аппарата для обезвоживания спирта.

Аппарат состоит из двух колонн: дегидратационной 26 и концентрационной 36. Аппарат работает следующим образом. Из сборника ректификата 19 спирт насосом подается в верхнюю часть дегидратационной колонны 26, которую перед пуском заполняют смесью ректификата и бензола. Поэтому пары, поднимающиеся в этой колонне, по мере укрепления будут приближаться по составу к тройной смеси. Вода будет уходить в составе этой смеси в дистиллят, направляющийся в конденсатор 28 и холодильник 29. Абсолютный спирт отбирают из нижней части дегидратационной колонны 26 и насосом 24 через холодильник 25 перекачивают в спиртохранилище.

Нераздельнокипящая смесь из конденсатора 28 поступает в холодильник 29 и далее в декантатор 30, где происходит расслаивание охлажденного конденсата. Верхний слой, который содержит около 90% бензола, возвращается в колонну 26. Нижний слой, содержащий 30% воды, 58% спирта и 12% бензола, направляют в сборник 32, а затем насосом 35 нагнетают в верхнюю часть концентрационной колонны 36. В этой колонне происходит разделение смеси.

Воду отводят из нижней части колонны, а спирт и бензол поступают в дефлегматор 31.

Конденсат из дефлегматора возвращают в колонну в виде флегмы.

Несконденсировавшиеся пары из дефлегматора 31 поступают в конденсатор 37, откуда часть конденсата стекает в дегидратационную колонну, а другая часть — в концентрационную. Третью часть направляют в альдегидную колонну ректификационного аппарата.

С верхних тарелок колонны 36 крепкий спирт с примесью бензола возвращается в дегидратационную колонну. В результате работы обезвоживающего аппарата получается абсолют-

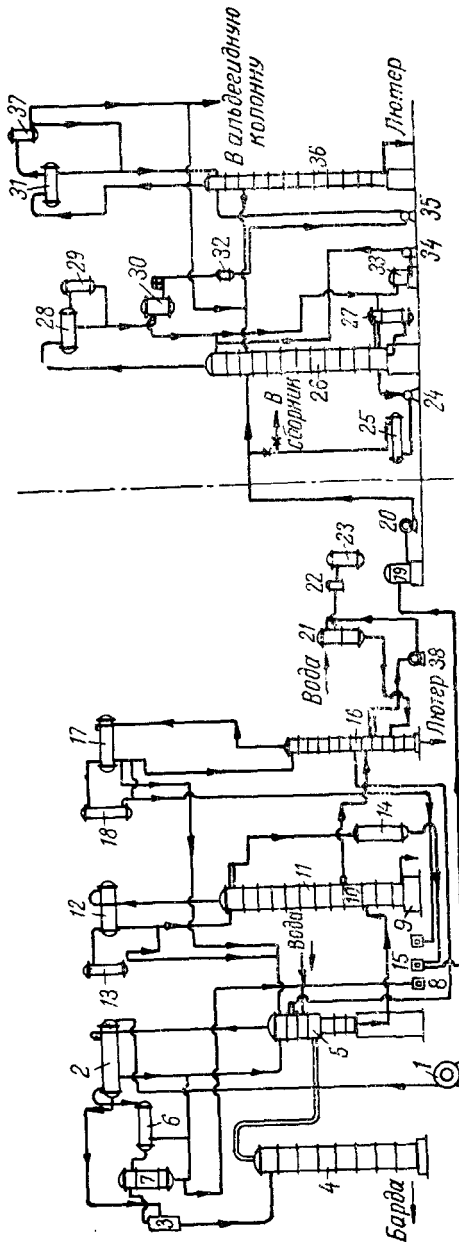


Рис. XIII-2. Схема аппарата для получения абсолютного спирта:

1 — бражная насос, 2 — братоподогреватель, 3 — сепаратор, 4 — бражная колонна, 5 — эспирационная колонна, 6 — дефлегматор, 7 — конденсатор, 8 — фонарь альдегидной фракции, 9 — ректификационная колонна, 10 — аккумулятор, 11 — укрепляющий материал, 12 — дефлегматор ректификационной колонны, 13 — конденсатор, 14 — холодильник ректификата, 15 — спиртовой фонарь, 16 — сивушная колонна, 17 — дефлегматор сивушной колонны, 18 — конденсатор сивушной фракции, 19 — сборник ректifikата, 20 — насос, 21 — маслопромыватель, 22 — холодильник, 23 — чаш для сивушного масла, 24 — насос, 25 — холодильник, 26 — дегидратационная колонна, 27 — кипятильник, 28 — конденсатор, 29 — холодильник, 30 — дефлегматор, 31 — дефлегматор концентрации колонны, 32 — сборник слабого спирта, 33 — сборник богатой бензолом смеси, 34 — насос, 35 — насос, 36 — конденсатор концентрации колонны, 37 — конденсатор абсолютной колонны, 38 — насос.

ный спирт и вода. Бензол все время циркулирует в аппарате и количество его, если не считать потерь, остается постоянным.

Греющий пар в обеих колоннах подают в трубчатые кипятильники.

§ 4. ПОЛУЧЕНИЕ АБСОЛЮТНОГО СПИРТА НЕПОСРЕДСТВЕННО ИЗ БРАЖКИ

Установлено [2], что наиболее экономичным является способ получения безводного спирта непосредственно из бражки. Этот способ разработан во Франции в лабораториях завода Мель.

Метод получения абсолютного спирта непосредственно из бражки был исследован Е. А. Вовком в производственном масштабе на аппарате производительностью 20 дал спирта в час [6].

Схема аппарата приведена на рис. XIII—3.

Аппарат состоит из 4 колонн: бражной с 12-ю тарелками, ректификационной с 63-мя тарелками, обезвоживающей с 45-ю тарелками и альдегидной с 20-ю тарелками.

Ректификационная и обезвоживающая колонны имеют аккумуляторы, способствующие стабильности работы колонн.

Работа колонны протекает следующим образом. Бражка насосом подается в конденсатор бражных паров 23, где подогревается до температуры 70—75° С. Нагретая бражка поступает на верхнюю тарелку бражной колонны 1. Сюда же поступает конденсат из конденсатора 16 бражной колонны. Конденсат бражных паров при крепости 45—50% об. поступает на 15-ю тарелку ректификационной колонны 2.

На нижних тарелках колонны 2 идет процесс выварки спирта и выделения сивушного масла, которое отбирается с 4-й, 6-й и 8-й тарелок снизу и обрабатывается обычным способом.

Отличие работы этой колонны 2 от ректификационной колонны брагоректификационного аппарата заключается в том, что в нее поступает неэпюрированный спирт, т. е. содержащий головные примеси. В ректификационной колонне 2 отбираются промежуточные продукты с 17-й и 19-й тарелок и по трубе поступают в холодильник 19. В колонну 2 на ее верхнюю тарелку поступает бензол. После впуска в колонну бензола в ней образуются различные зоны. Верхние 6—8 тарелок содержат тройную смесь, 2-я тарелка сверху содержит 72—76% об. бензола, остальное же приходится на спирт и воду. Ниже, на 12-й тарелке, крепость спирта максимальна и равна 97,2—98,7% об. Отсюда отбирают смесь для питания обезвоживающей колонны 3.

Головные продукты вместе с парами тройной азеотропной смеси поступают в дефлегматор 6 и конденсатор 7. Флегма из дефлегматора ($v=3$) поступает в колонну. Две трети конденсата

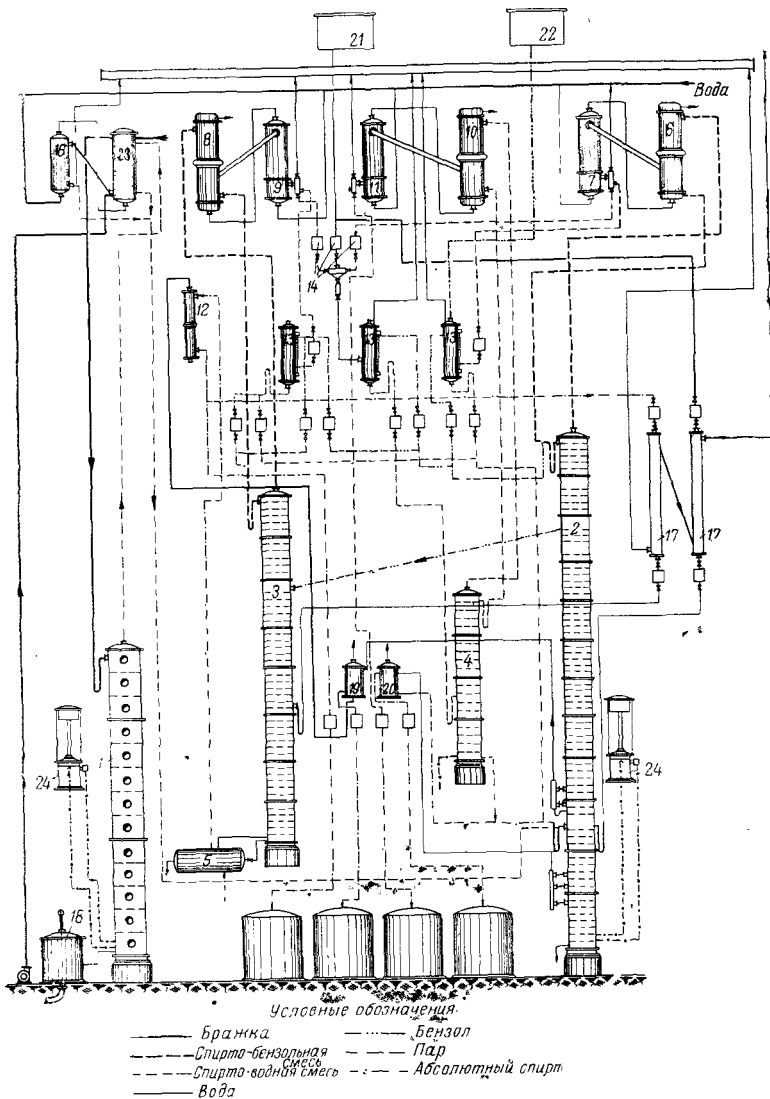


Рис. XIII-3. Схема аппарата для абсолютирования спирта с получением спирта из бражки:

1 — бражная колонна, 2 — ректификационная колонна, 3 — абсолютирующая колонна, 4 — эшпорационная колонна, 5 — испаритель спирта, 6 — дефлегматор ректификационной колонны, 7 — конденсатор ректификационной колонны, 8 — дефлегматор абсолютирующей колонны, 9 — конденсатор абсолютирующей колонны, 10 — дефлегматор эшпорационной колонны, 11 — конденсатор эшпорационной колонны, 12 — холодильник абсолютного спирта, 13 — декаитаторы, 14 — смотровые фонари, 15 — смеситель, 16 — конденсатор бражной колонны, 17 — промывные колонки, 18 — бардяной регулятор, 19 — холодильник, 20 — маслоотделитель, 21 — бак для лютерной воды, 22 — бак для бензола, 23 — дефлегматор бражной колонны, 24 — паровые регуляторы.

из конденсатора поступают в декантатор ректификационной колонны, а остальная треть — в декантатор эспурационной колонны.

Смесь из колонны 2, поступившая в обезвоживающую колонну 3, освобождается в ней от воды и бензола. Пары из этой колонны, имеющие состав тройного азеотропа, поступают в дефлегматор 8, где конденсируются и возвращаются обратно в колонну в виде флегмы ($v=3$). Пар, не сконденсировавшийся в дефлегматоре, поступает в конденсатор, где полностью конденсируется. Конденсат направляется в дефлегматор эспурационной колонны (1/3) и в дефлегматор обезвоживающей колонны (2/3). Абсолютный спирт отбирается из нижней части колонны и поступает в испаритель 5, обогреваемый глухим паром.

Из испарителя часть паров поступает в обезвоживающую колонну для обогрева ее. Другая часть поступает в холодильник и сборник готовой продукции.

Три декантатора 13 служат для расслаивания тройной смеси на два слоя: богатый бензолом (верхний) и бедный бензолом (нижний).

В верхнем слое содержится от 81 до 85% об. бензола; в нижнем — 7,2—8,6% об. Добавлением лютерной воды в декантаторы удавалось снизить содержание бензола в нижнем слое до 0,5—1,0% об.

Верхний слой из всех декантаторов поступает в ректификационную колонну на ее верхнюю тарелку. Нижний слой из декантаторов ректификационной и обезвоживающей колонн поступает на 15-ю (снизу) тарелку ректификационной колонны. Нижний слой из декантатора эспурационной колонны поступает в среднюю часть этой колонны.

В эспурационной колонне происходит выделение и концентрирование головных примесей.

Эспурационная колонна 4 имеет дефлегматор 10 и конденсатор 11. Из дефлегматора, в котором конденсируется большая часть паров, поступающих из эспурационной колонны, в колонну возвращается флегма. Пары, поступающие в конденсатор, конденсируются в нем и направляются в сборник головных продуктов. Количество их составляет 3—3,5% об. от спирта, поступившего в аппарат.

В нижней части колонны собирается спирт, освобожденный от головных примесей, и направляется в ректификационную колонну.

Следует упомянуть, что для улавливания спиртовых и бензольных паров аппарат имеет две насадочные колонки. В одной из них пары улавливаются абсолютным спиртом, во второй — лютерной водой.

При работе по этой схеме был получен абсолютный спирт со следующими показателями: крепость 99,8% об., содержание

альдегидов 0,003% об., содержание эфиров 55 мг/л безводного спирта, содержание сивушного масла 0,0035% об. Эти показатели свидетельствуют о хорошей работе аппарата.

§ 5. РАСХОД ПАРА, ВОДЫ И БЕНЗОЛА ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ АБСОЛЮТНОГО СПИРТА АЗЕОТРОПНЫМ МЕТОДОМ

По данным Л. Л. Добросердова [1], расход пара на комбинированный аппарат для обезвоживания, включающий четырехколонный брагоректификационный аппарат и двухколонный обезвоживающий аппарат, составляет 63 кг/дал безводного спирта. По данным Н. И. Гладиллина [8], расход пара только на обезвоживающую установку составляет от 14 до 17,5 кг/дал безводного спирта.

Эти данные относятся к тому случаю, когда крепость ректификата, поступающего на обезвоживание, составляет 96% об. [1]. Значительно экономичнее в отношении расхода пара метод получения абсолютного спирта непосредственно из бражки. В этом случае расход пара составляет от 35 до 40 кг/дал безводного спирта [1].

Расход воды на обезвоживающую часть комбинированного аппарата [8] от 21,7 до 26,3 дал на 1 дал безводного спирта. Если учесть, что четырехколонный брагоректификационный аппарат расходует около 30—40 дал воды на 1 дал спирта, то общий расход воды на аппарат составит около 65 дал/дал безводного спирта. Расход воды на аппарат, получающий спирт непосредственно из бражки, будет около 40 дал/дал безводного спирта.

Расход бензола, по данным Е. А. Вовка [6], составил в его опытах на производственной установке 0,5% об. от количества получаемого абсолютного спирта, однако в этом экспериментальном аппарате имелось много пробных кранов, что увеличивало потери.

По другим данным, потери составляют 0,02% от объема полученного абсолютного спирта.

Марийе [4] указывает, что потери бензола достигают 0,1 кг/дал спирта.

Для абсолютирования употребляют бензол каменноугольный чистый, бензол нефтяной чистый и бензол, чистый для нитрации.

В качестве обезвоживающих средств применяются и другие вещества. Известны установки для дегидратации, работающие с применением бензина, смеси бензина и бензола, трихлорэтилена, различных эфиров. Все эти соединения также дают со спиртом и водой тройные азеотропные смеси, на чем и основано их применение.

§ 6. АБСОЛЮТИРОВАНИЕ СПИРТА РАСТВОРАМИ СОЛЕЙ (СОЛЕВОЕ ОБЕЗВОЖИВАНИЕ)

Одним из существенных недостатков азеотропного метода обезвоживания спирта является то, что в абсолютном спирте, полученном по этому методу, всегда содержится некоторое количество дегидранта. Поэтому азеотропный метод непригоден в тех случаях, когда требуется получить вполне чистый абсолютный спирт.

Для получения химически чистого абсолютного спирта Л. Л. Добросердовым [1] разработан метод солевой дегидратации.

Принцип метода изложен Марийе [4] и заключается в том, что обезвоживаемую водно-спиртовую смесь в виде пара направляют в ректификационной колонне навстречу стекающему по тарелкам раствору соли в абсолютном спирте.

Марийе отмечает, что в качестве растворяемого вещества могут быть использованы: уксуснокислый калий, хлористый кальций, едкий натр, хлористый цинк. Марийе отметил практическую целесообразность этого метода, который, однако, не получил широкого распространения, хотя и привлекал внимание исследователей [9].

И. Н. Ципарис [10] в ряде работ разработал теорию и практику процесса экстрактивной ректификации с применением солей в качестве разделяющих агентов.

Л. Л. Добросердов провел глубокое теоретическое исследование влияния солей на равновесие в тройных системах вода — этанол — соль [11, 12, 13, 14, 15].

Для исследования им был использован прибор, основанный на циркуляционном принципе (см. гл. 1).

Исследованию был подвергнут ряд систем, причем третьим компонентом являлись следующие соединения: хлористый кальций, уксуснокислый калий, уксуснокислый натрий, хлористый цинк, азотнокислый кальций.

Установлено, что прибавление соли к системе, состоящей из двух взаимнорастворимых жидких компонентов, ведет к смещению равновесной кривой. При этом в паровую фазу переходит больше того компонента, в котором соль менее растворима. При разделении азеотропов солевым методом лучшие показатели имеет та соль, которая дает наиболее положительное отклонение от закона Рауля с более летучим компонентом и наиболее отрицательное отклонение — с менее летучим.

Из исследованных Добросердовым солей наилучшие разделяющие способности показал хлористый кальций.

На рис. XIII—4 показана кривая равновесия системы этанол — вода при нормальном давлении (нижняя кривая) и кривая равновесия той же системы в присутствии растворенного в ней

хлористого кальция. Количество хлористого кальция взято из расчета 10 г/100 мл исследуемого раствора.

Из рассмотрения рис. XIII—4 видно, что в присутствии хлористого кальция азеотропная точка исчезает. Обогащение паровой фазы идет при всех концентрациях этилового спирта в жидкой фазе. Следует отметить также, что в присутствии хлористого кальция обогащение паровой фазы этиловым спиртом

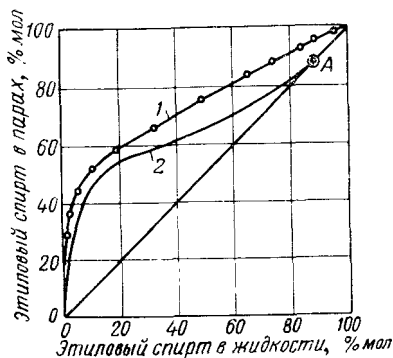


Рис. XIII-4. Сдвиг равновесия в системе этанол — вода — хлористый кальций:
1 — с введением соли, 2 — без соли.

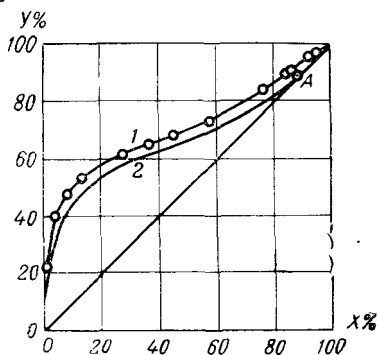


Рис. XIII-5. Сдвиг равновесия в системе этанол — вода — уксуснокислый калий:
1 — с введением соли, 2 — без соли.

идет значительно интенсивнее, чем без него. Аналогичное, но более слабое действие оказывают и некоторые другие соли. Так, на рис. XIII—5 показано смещение кривой равновесия в системе этанол — вода — уксусный калий. Содержание уксуснокислого калия было 1 г·моль на 1 л жидкой смеси. Здесь также наблюдается исчезновение азеотропной точки, но эффект увеличения летучести спирта несколько меньший, чем в случае хлористого кальция.

Солевой метод обезвоживания спирта был исследован Добросердовым в ректификационной колонне, изображенной на рис. XIII—6.

Установка состоит из куба 1, колонны 2 с 50-ю одноколпачковыми тарелками, дефлегматора 3, холодильников-конденсаторов 4 и 5, разделителя 6, солевого питателя 7, сборника 8 для поступающего на обезвоживание спирта. Сосуд 9 служит регулятором подачи воды. Нагревается куб электрической плиткой 17.

Емкость куба 16,5 л, высота колонны вместе с дефлегматором 3050 мм, а диаметр ее 80 мм. Производительность колонны 1 л ректификата в час. Аппарат работал как непрерывно действующий.

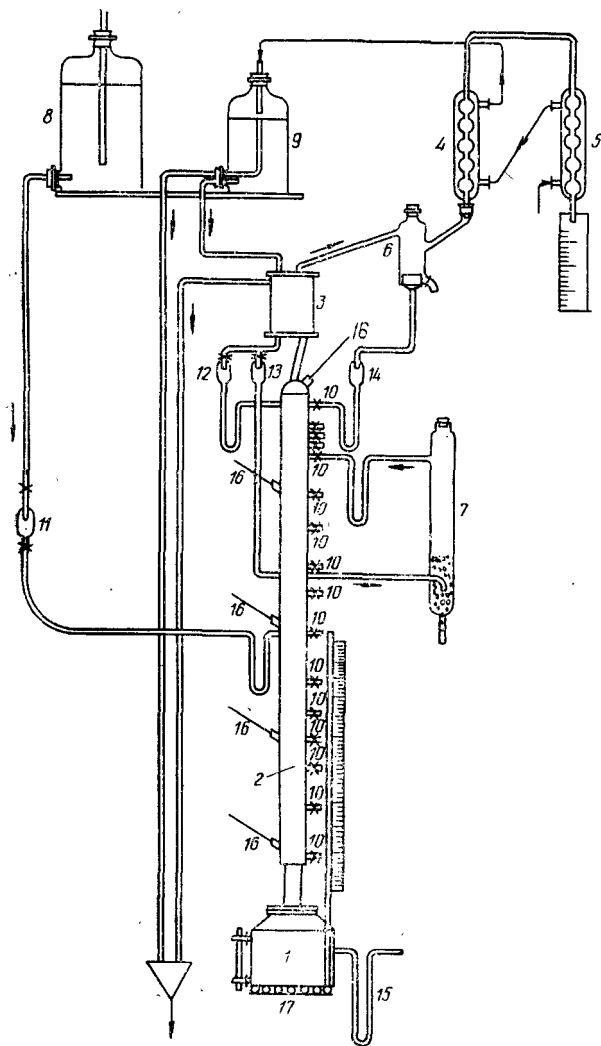


Рис. XIII-6. Схема аппарата для абсолютирования спирта при помощи солей:

1 — куб, 2 — колонна, 3 — сепаратор, 4, 5 — конденсаторы-холодильники, 6 — разделитель, 7 — солерастворитель, 8 — сосуд Мариотта, 9 — сосуд, обеспечивающий постоянный напор воды, 10 — краны, 11—14 — капельницы, 15 — гидравлический затвор, 16 — термометры, 17 — электролитка.

Абсолютирование спирта на этом аппарате протекает следующим образом. Раствор, поступающий на абсолютирование, из сборника 8 подается через капельницу 11 на 27-ю (сверху) тарелку. Лютер отводится через гидрозатвор 15. Флегма, возвращаемая из дефлегматора, делится на два потока: один из них направляется в колонну, второй — в солерастворитель 7, куда загружают мелко раздробленный хлористый кальций. Флегма, поступая снизу, растворяет хлористый кальций и в виде раствора поступает в аппарат на 6-ю сверху тарелку.

Так как флегма представляет собой по составу абсолютный спирт, то это значит, что в колонну поступает раствор хлористого кальция в абсолютном спирте. Этот раствор содержит также взвешенные частицы хлористого кальция, которые в дальнейшем, поступая в колонну, растворяются в водно-спиртовой жидкости.

Абсолютный спирт отбирается в жидкой фазе с 4-й (сверху) тарелки. Крепость его составляет 99,95—99,97% об. Полученный таким методом спирт не содержит примесей и является химически чистым продуктом.

Этот же аппарат был использован Добросердовым для получения абсолютного спирта из сырца и из гидролизного спирта при одновременном отборе головных продуктов.

Опыты показали, что и при этих условиях солевое обезвоживание дает возможность получить абсолютный спирт высокого качества.

Следует отметить, что сдвиг кривой равновесия для системы этанол—вода в присутствии соли весьма благоприятно отражается на эффективности тарелок колонны. Число теоретических контактов, необходимых для проведения процесса ректификации, снижается в 4—5 раз. Присутствие соли благоприятно влияет также и на процесс выделения примесей. Это обстоятельство сказывается на расходе пара, так как флегмовое число при солевой ректификации может быть значительно снижено.

Подсчеты, проведенные Добросердовым, показывают, что солевой метод дает значительную экономию в расходе пара.

Так, при получении обычного ректификата, согласно подсчетам, расход пара уменьшается на 25% за счет сдвига кривой равновесия и уменьшения флегмового числа.

При обезвоживании спирта солевым методом, согласно теоретическим расчетам, расход пара не будет превышать расхода его на получение ректификата обычным способом.

Расход хлористого кальция составляет 0,1—0,2 кг на 1 дал поступающей водно-спиртовой смеси. Раствор легко регенерировать выпариванием в многокорпусной выпарной установке и последующим высушиванием. Так как хлористый кальций является отходом некоторых производств, то может быть целесообразным не подвергать его регенерации.

Все изложенное говорит о перспективности солевого метода получения абсолютного спирта и его конкурентноспособности с азеотропным методом обезвоживания [15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Добросердов Л. Л. Труды Ленинградского технологического института пищевой промышленности. Т. XV, 1958.
2. Ошмян О. Е. Труды ВНИИСПа. Вып. 10, 1953.
3. P a t a r t. Zeitschrift für spiritusindustrie, N 45, 1936.
4. Марийе Ш. Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Снабтехиздат, 1934.
5. Фремель В. Б. «Спиртовая промышленность», 1936, № 7.
6. Вовк Е. А. Получение абсолютного спирта азеотропным методом. Кандидатская диссертация, 1941.
7. G u p i a t H. Chemie et Industrie, N 3, 1926.
8. Гладиллин Н. И. Руководство по ректификации спирта. Пищепромиздат, 1952.
9. Лонгинов Б. и Дзиркан В. Журнал прикладной химии. Т. VII. Вып. 4, 1954.
10. Ципарис И. Н. Исследование процесса экстрактивной ректификации с применением солей в качестве разделяющих агентов, Ленинград. Автореферат диссертации, 1966.
11. Добросердов Л. Л., Ильина В. П. Труды Ленинградского технологического института пищевой промышленности. Т. XIV, 1958.
12. Добросердов Л. Л., Ильина В. П. Труды Ленинградского технологического института пищевой промышленности. Т. XII, 1956.
13. Добросердов Л. Л. Разделение азеотропных смесей методом солевой ректификации. Автореферат диссертации. КТИП, 1959.
14. Ципарис И. Н. Сборник данных о влиянии солей на фазовое равновесие между жидкостью и паром. Изд. Литовской академии с. х. наук, 1966.
15. Ципарис И. Н., Добросердов Л. Л., Коган В. Б. Солевая ректификация. Изд-во «Химия». Л., 1969.

ГЛАВА XIV

АППАРАТЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВТОРИЧНОГО ПАРА

§ 1. РАСХОД ТЕПЛА НА ПЕРЕГОНКУ И РЕКТИФИКАЦИЮ В СПИРТОВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

В тепловом балансе спиртового завода расход тепла на перегонку и ректификацию этилового спирта играет весьма существенную роль. Если взять за единицу измерения производительности аппаратов 1 дал спирта, то расход пара на 1 дал спирта, получаемого на брагоректификационном аппарате полупрямого действия, составляет 38—42 кг при среднем содержании алкоголя в бражке 8% об.

Возможность значительного уменьшения расхода тепла при перегонке вытекает из сопоставления ректификационных аппаратов с выпарными, для которых такого рода рационализация проведена давно и с успехом осуществляется в громадных масштабах. Эта рационализация заключается в многократном использовании тепла.

§ 2. ПРИНЦИП МНОГОКРАТНОГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ТЕПЛА В ПРИМЕНЕНИИ К ВЫПАРНЫМ АППАРАТАМ

С переходом от огневого обогрева выпарных аппаратов к паровому стало возможным применить принцип многократного использования тепла. Это объясняется особым свойством водяного пара, демонстрируемым данными табл. XIV—1.

Таблица XIV-1
Свойства насыщенного водяного пара

Давление пара, бар	Температура, °С	Полное теплосодержание пара, ккал/кг	Теплота испарения, ккал/кг
0,2	59,67	623,1	563,5
0,5	80,86	631,6	550,8
1,0	99,09	638,5	539,4
2,0	119,62	645,8	525,9
3,0	132,88	650,3	516,9

Из данных табл. XIV—1 видно, что при значительном увеличении давления (от 0,2 до 3 бар) полное теплосодержание пара изменится только на 27,2 ккал/кг, а теплота испарения на 46,6 ккал/кг, т. е. менее чем на 10%.

Следовательно, вторичный пар, образующийся в выпарном аппарате, почти равноценен по теплосодержанию греющему пару более высокого давления. Это обстоятельство и привело к созданию многокорпусной выпарной установки.

Таблица XIV-2
Свойства паров этилового спирта

Давление пара, бар	Температура, °С	Теплота испарения, ккал/кг
1	78,3	204
2	95,7	196
3	103,0	189
4	117,1	184
5	124,4	180

Возможно ли применение принципа многократного использования пара в ректификационных аппаратах?

В табл. XIV—2 показаны свойства паров этилового спирта. Как видно, теплота испарения этилового спирта при изменении давления меняется незначительно. Отсюда можно заключить, что

принцип многократного использования тепла вполне приложим и к ректификационным аппаратам, в которых мы имеем дело со смесью паров этилового спирта и воды.

Помимо многокорпусных систем выпарных аппаратов, многократное использование тепла может быть осуществлено другим путем — с применением термокомпрессора. По расходу тепла на выпаривание установка с термокомпрессором не превосходит многокорпусной выпарной установки. В ряде случаев, однако, установку с термокомпрессором следует предпочесть многокорпусной выпарной установке.

Из сказанного ранее ясно, что принцип термокомпрессии применим и к ректификационным установкам.

§ 3. РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ С МНОГОКРАТНЫМ ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕПЛА

Вопрос о применении принципа многократного использования тепла для ректификационных аппаратов не нов. Известны работы в этом направлении Чусова, Жура, Харина, Четверикова, Осмера, Грегора, Стабникова, Тобилевича и других [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10]. Предложенные аппараты могут быть разбиты на три группы:

1) аппараты, в которых комбинируются выпарные и ректификационные установки. Аппараты этого типа приобретают особое значение в связи с проблемой упаривания мелассной барды и вторичной мелассной барды;

2) аппараты многоколонного типа, в которых отдельные колонны работают под различными давлениями;

3) аппараты с термокомпрессией.

В этой последовательности рассмотрим некоторые из предложенных схем.

§ 4. КОМБИНИРОВАННЫЕ АППАРАТЫ

Одна из первых по времени схем была предложена К. Д. Журой и испытана им в полужаводском масштабе на аппарате производительностью 100 дал спирта в сутки [3].

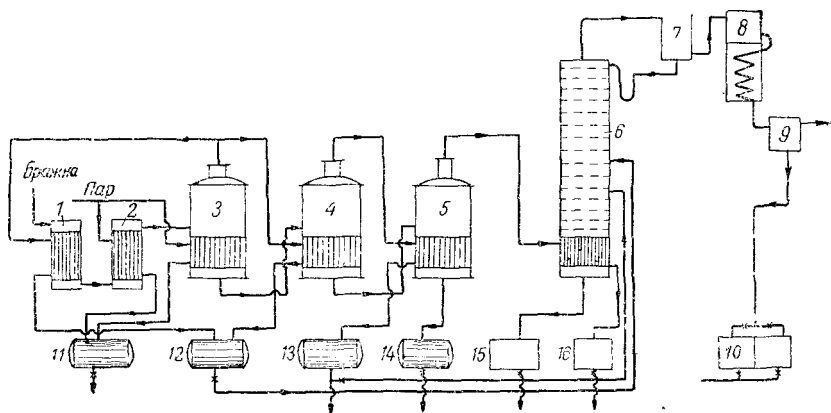


Рис. XIV—1. Схема комбинированного выпарного и ректификационного аппарата:

1, 2 — подогреватели, 3 — первый корпус выпарной установки, 4 — второй корпус, 5 — третий корпус, 6 — ректификационный аппарат, 7 — дефлегматор, 8 — холодильник, 9 — приемник, 10 — приемник, 11—16 — сборники конденсата.

Схема этого аппарата приведена на рис. XIV—1. Аппарат состоит из трехкорпусной выпарной установки и одноколонного ректификационного аппарата 6 и предназначен для получения концентрированной мелассной барды и спирта-сырца. Мелассная бражка проходит последовательно через подогреватели 1 и 2 и поступает в первый корпус выпарной установки 3. Этот корпус и подогреватель 2 обогреваются свежим паром.

Вторичный пар из первого корпуса направляется во второй корпус выпарной установки. Часть его идет на обогрев 1 подогревателя. Конденсат пара из первого корпуса выпарной установки и подогревателя 2 собирается в сборник 11 и направляется на питание котлов.

Водно-спиртовые пары образуются в первом корпусе выпарной установки. Они поступают в подогреватель 1 и во второй корпус выпарной установки. Конденсат этих паров собирается в приемнике 12 и направляется в ректификационный аппарат. Вторичный пар из второго корпуса поступает в третий корпус.

Конденсат его собирается в приемнике. Он может содержать еще незначительное количество спирта, поэтому его направляют или на рассиропку мелассы перед сбраживанием или в ректификационный аппарат. Вторичный пар третьего корпуса служит для обогрева ректификационного аппарата. В этой схеме ректификационный аппарат включается как четвертый корпус выпарной установки. Сгущенная барда удаляется из третьего корпуса в сборник 14, лютерная вода — в сборник 15, а конденсат пара третьего корпуса — в сборник 16. Ректификационный аппарат имеет дефлегматор 7, холодильник 8 и сборник 9, соединенный с конденсатором и вакуум-насосом. Приемник 10 служит для сбора сырца.

На описываемом аппарате получали концентрированную барду, содержащую от 40 до 60% сухих веществ. Крепость конденсата в сборнике 12 составляла 18—20% об. спирта. Расход пара составлял 40 кг/100 кг бражки. Расход пара при раздельной работе выпарного и ректификационного аппаратов составил бы около 50 кг. Таким образом, экономия расхода тепла составляет примерно 25%.

К сожалению, комбинированные установки пока не получили у нас широкого применения. Однако за границей в ряде стран они используются в крупном производственном масштабе. Так, в Чехословакии инж. Грегором построена многокорпусная выпарная установка, состоящая из четырех двухсекционных корпусов [10] для сгущения и перегонки мелассной бражки.

Первый корпус этой выпарной установки нагревается свежим паром. Конденсат его используется для питания котлов. Конденсаты второго и третьего корпусов представляют собой водно-спиртовую смесь, которая подвергается перегонке на аппарате системы Гильома. Конденсат четвертого корпуса используется для технологических целей.

Экономия пара, по данным Научно-исследовательского института бродильной промышленности Чехословацкой республики, составила 25 кг на 1 дал спирта. Чтобы оценить размер экономии, следует сказать, что расход пара на перегонку составляет около 40 кг/дал спирта. Таким образом, экономия составляет примерно 50%.

Комбинирование выпарного и ректификационного аппаратов может дать значительный экономический эффект. Стоимость комбинированного аппарата будет незначительно превышать стоимость отдельно установленных аппаратов, однако дополнительные расходы окупятся довольно скоро за счет экономии топлива. Вопрос о комбинировании аппаратов приобретает особо важное значение в связи со строительством цехов для концентрирования мелассной барды.

На рис. XIV—2 представлена схема комбинированного трехкорпусного выпарного аппарата для барды и трехколонного

Таблица XIV-3

Характеристика выпарной установки комбинированного аппарата

Показатели	Корпус		
	1	2	3
Температура, °С			
греющего пара	144	133,4	121,4
кипения барды	135	126,4	114,4
вторичного пара	134,4	122,4	103,4
Конечная концентрация СВ, % мас.	15,5	38,4	75
Поверхность нагрева для завода производительностью 10000 дал спирта в сутки, м ²	900	900	900
Коэффициент теплопередачи, ккал/(м ² ×Ч·град)	1260	1000	300

чае, когда выпариванию подвергается барда мелассных спиртовых заводов. К сожалению, схема эта остается пока неосуществленной.

§ 5. МНОГОКОЛОННЫЕ РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ С РАЗЛИЧНЫМ ДАВЛЕНИЕМ В ОТДЕЛЬНЫХ КОЛОННАХ

Рассмотрим ректификационные аппараты, состоящие из нескольких колонн, в которых поддерживается различное давление, вследствие чего пар может быть использован многократно.

Рассмотрим схему брагоректификационного аппарата этого типа [5].

Брагоректификационный аппарат предназначается для получения стандартных продуктов перегонки из зерновых, картофельных и мелассных бражек. Производительность предлагаемого аппарата по безводному спирту равна 5000 дал в сутки. Аппарат состоит из бражной, элюрационной, сивушной и ректификационной колонн. Две последние работают под давлением 2,75 бар, бражная колонна — под давлением 1,2 бар, а элюрационная — 0,25 бар.

Схема работы аппарата такова (рис. XIV—3). Зрелая бражка самотеком поступает из бродильного отделения на центробежный насос 1 и по нагнетательной линии 2 попадает в бражной подогреватель 3. Проходя по ходам подогревателя, бражка нагревается до температуры кипения ее на верхней тарелке бражной колонны за счет тепла отходящей барды и лютерной воды. Нагретая до нужной температуры бражка поступает через сепаратор 4 на верхнюю тарелку бражной колонны 5. Из нижней части бражной колонны барда при температуре 104,2° С отводится на бардильный центробежный насос 7, подающий ее в бражной подогреватель 3.

Колонна питается паром по двум паровым линиям. По первой линии 8 основная масса вторичного пара поступает из спиртового 9 и сивушного 10 кипятильников непосредственно в выварную камеру, а по второй линии 11 в барботер подается в нужном количестве добавочный мятый пар. Освобожденные от

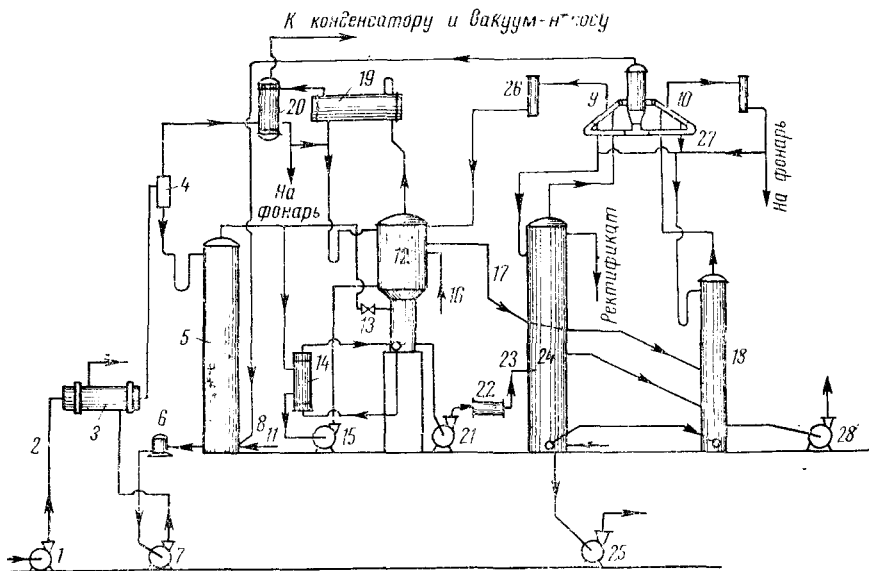


Рис. XIV-3. Схема брагоректификационного аппарата с многократным использованием тепла:

1 — насос, 2 — нагнетательный трубопровод, 3 — подогреватель, 4 — сепаратор, 5 — бражная колонна, 6 — бардяной регулятор, 7 — насос, 8 — паровая линия вторичного пара, 9 — дефлегматор-испаритель ректификационной колонны, 10 — дефлегматор-испаритель сивушной колонны, 11 — ввод мятого пара, 12 — элюрационная колонна, 13 — редукционный вентиль, 14 — элюрационный испаритель, 15 — насос, 16 — ввод горячей воды; 17 — трубопровод для хвостовых примесей, 18 — сивушная колонна, 19 — дефлегматор элюрационной колонны, 20 — конденсатор элюрационной колонны, 21 — насос, 22 — подогреватель лотера, 23 — трубопровод, 24 — ректификационная колонна, 25 — насос, 26 — конденсатор, 27 — трубопровод конденсата паров сивушной колонны, 28 — насос сивушной колонны.

бражки в сепарирующем устройстве колонны бражные пары крепостью 30,5% мас. поступают на дальнейшую очистку в элюрационную колонну 12.

Большая часть этих паров поступает через редукционный вентиль 13 в верхнюю часть элюрационной колонны. Другая часть погонных паров бражной колонны поступает в элюрационный испаритель 14 и, отдавая скрытую теплоту парообразования, испаряет элюрат, поступающий из нижней части колонны. Полученный в испарителе элюрационной колонны пар служит греющим для элюрационной колонны. Образовавшийся

в испарителе 14 конденсат бражных паров подается насосом 15 на нижнюю тарелку концентрационной части эюрационной колонны. Для достижения оптимальных условий очистки крепость эюрата доводится до 25% мас. путем добавления по линии 16 необходимого количества горячей воды. Хвостовые примеси по трубе 17 отводятся в виде раствора для дальнейшего концентрирования в сивушную колонну 18.

Поднимающиеся с верхней тарелки эюрационной колонны пары поступают в межтрубное пространство дефлегматора 19, где конденсируются и возвращаются на верхнюю тарелку колонны. Несгущенные в дефлегматоре 19 пары поступают на конденсацию в эюрационный конденсатор 20, а затем в виде конденсата — на фонарь. Эюрат из нижней части эюрационной колонны насосом 21 через лютерный подогреватель эюрата 22 подается по линии 23 в ректификационную колонну 24. Ректификационная колонна питается острым паром из котла. Лютерная вода из нижней части колонны поступает на центробежный насос 25, который подает ее в лютерный подогреватель 3, а затем в лютерный подогреватель эюрата 22 и кипятильники 9 и 10.

Поднимающиеся с верхней тарелки ректификационной колонны пары направляются в спиртовой конденсатор-кипятильник 9, где, отдавая скрытую теплоту, образуют вторичный пар, который служит греющим для бражной колонны. Конденсатор-кипятильник по устройству представляет собой выпарной аппарат с выносной поверхностью нагрева, в котором выпаривается вода за счет теплоты конденсации спиртовых паров. Потребная разность температур создается за счет разницы давлений в ректификационной и бражной колоннах.

Конденсат спиртовых паров в виде флегмы возвращается на верхнюю тарелку колонны. Ректификат собирается с одной или нескольких тарелок, как показано на схеме. Несгущенная часть спиртовых паров направляется в конденсатор, а затем поступает на дальнейшую очистку в эюрационную колонну. Сивушная колонна питается водно-спиртовым раствором, отбираемым из эюрационной и ректификационной колонн. Эта колонна обогревается, как и ректификационная, острым паром, который подается из нижней части ректификационной колонны. При такой подаче устраняется необходимость в установке парового регулятора для сивушной колонны. Работа и назначение кипятильника сивушной колонны 10 аналогичны работе и назначению спиртового кипятильника 9. Конденсат по линии 27 направляется в ректификационную колонну и в виде флегмы — на верхнюю тарелку сивушной колонны. Конденсат из сивушного конденсатора поступает на фонарь. Сивушное масло центробежным насосом 28 подается на дальнейшую переработку.

Как видно из схемы, в предлагаемом аппарате предусматривается троекратное использование тепла. Таким образом, можно было бы ожидать уменьшения расхода тепла в 3 раза. Если принять расход пара в 57 кг, то расход тепла должен был бы составить всего 19 кг на 1 дал спирта. В действительности такой расход тепла недостижим, так как не все тепло используется троекратно; кроме того, требуется добавление некоторого количества свежего пара в бражную колонну и имеется дополнительный расход тепла на вакуум-насос и дополнительные насосы для жидких полуфабрикатов.

Теплотехнические расчеты показали, что расход тепла на аппарат составляет 23 кг пара на 1 дал спирта. Экономия пара, таким образом, составит более 50%. Кроме того, необходимо учесть значительное уменьшение поверхности нагрева котлов и питание их конденсатом, что также говорит в пользу предлагаемого аппарата.

К той же категории аппаратов относится аппарат, описанный Осмером [7]. Этот аппарат предназначается для получения абсолютного спирта по азеотропному методу с применением этилового эфира.

Аппарат Осмера имел производительность 600 дал абсолютного спирта в сутки. Схема его изображена на рис. XIV—4.

Бражка, подогревая за счет теплоты отходящей барды, подается насосом по трубе 1 в бражную колонну 2. Колонна работает под давлением 0,4 бар. Пар из нее направляется в трубчатые теплообменники-испарители 3 и 4. Теплообменник 3 снабжает паром колонну 5, которая служит для выделения головных продуктов. Теплообменник 4 снабжает паром ректификационную колонну 6. Бражные пары, конденсируясь в теплообменниках, отдают свое тепло жидкости, поступающей из колонны, и испаряют ее, образуя греющий пар. Колонны 5 и 6 работают под давлением 0,23 бар. Конденсат бражных паров из теплообменников 3 и 4 собирается в приемнике 7 и насосом 8 подается на ректификационную колонну 6. Лютерная вода отводится насосом 9, частично используя в декантаторе сивушного масла 10. С одной из верхних тарелок этой колонны спирт поступает в колонну 5, где из него удаляются головные продукты.

Спирт, освобожденный от примесей, крепостью 95% об., поступает в сборник 11, откуда насосом 12 через теплообменник 13 поступает на дегидратационную колонну 14. Эта колонна работает под давлением 9,1 бар. Она обогревается паром, поступающим в теплообменник 15.

На тарелках этой колонны кипит тройная смесь этиловый спирт—вода—этиловый эфир, имеющая высокое давление при низких температурах. Вследствие этого в колонне устанавливается давление около 9 бар, хотя она обогревается водяным

паром, имеющим давление 5,6 бар. Пары из этой колонны поступают в дефлегматор-испаритель 16. В испаритель поступает конденсат греющего пара из теплообменника 15. За счет теплоты конденсации азеотропной смеси в дефлегматоре-испарителе

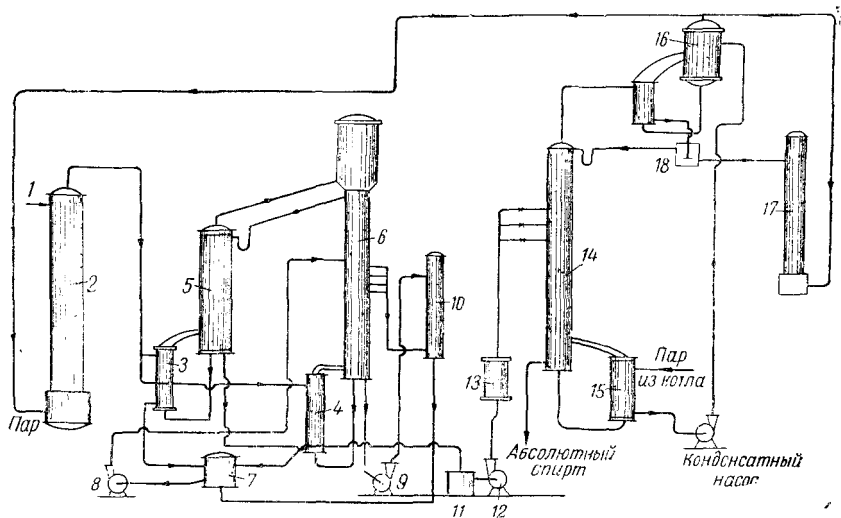


Рис. XIV-4. Схема аппарата для абсолютирования спирта с многократным использованием тепла:

1 — ввод бражки, 2 — бражная колонна, 3, 4 — трубчатый теплообменник, 5 — эворацционная колонна, 6 — ректификационная колонна, 7 — приемник конденсата водно-спиртовых паров, 8, 9 — насосы, 10 — декантатор сивушного масла, 11 — сборник ректификата, 12 — насос, 13 — теплообменник, 14 — дегидратационная колонна, 15 — теплообменник, 16 — дефлегматор-испаритель, 17 — дополнительная колонна, 18 — сборник-декантатор для азеотропной смеси.

теле происходит образование водяных паров, которые используются в бражной колонне 2 и в колонне 17. Давление этих паров около 2,1 бар. Конденсат азеотропной смеси поступает в сборник 18. Из этого сборника после расслаивания азеотропа верхний слой возвращается в колонну 14, а нижний идет в небольшую колонну 17. Абсолютный спирт отводится в нижней части колонны 14.

Таким образом, приведенный на схеме аппарат имеет колонны, работающие под различными давлениями. Теплота греющего пара используется в трех последовательных ступенях понижающегося давления. Описанный аппарат показал при испытании средний расход пара 27 кг/дал безводного спирта при содержании спирта в бражке 7,4% об.

Осмер указывает, что средний расход пара при обычных методах получения абсолютного спирта примерно в два раза больше.

Таким образом, в описанных выше аппаратах может быть достигнута весьма высокая экономия топлива только за счет многократного ступенчатого использования тепла. Однако экономия тепла при изменяющемся давлении в колоннах может быть получена также и за счет сдвига равновесных концентраций спирта в жидкой и паровой фазах. В табл. XIV—4 приведены данные о фазовом равновесии в системе этанол — вода при изменяющихся давлениях.

Таблица XIV-4
Влияние давления на равновесие в системе этанол — вода

Содержание спирта в жидкой фазе, % мас.	Содержание спирта в паровой фазе, % мас. при давлении		
	2 бар	1 бар	50 мм рт. ст.
5,0	35,9	37,0	24,5
10,0	56,5	52,2	44,0
15,0	62,2	60,0	55,5
20,0	65,2	65,0	63,2
30,0	69,4	71,3	72,5
40,0	72,9	74,6	76,8
50,0	76,1	77,0	79,3
60,0	78,8	79,5	81,5
70,0	82,3	82,1	84,0
80,0	86,6	85,8	87,3
90,0	92,6	91,3	92,1
95,0	95,3	95,05	95,5

Как видно из данных табл. XIV—4, при низких концентрациях спирта повышение давления содействует увеличению концентрации спирта в паровой фазе. При увеличении концентрации спирта примерно более 25%, наоборот, уменьшение давления способствует укреплению паров. Проф. Харин [6] провел подсчет расхода пара на перегонку бинарной смеси этанол—вода при различных давлениях при минимальном флегмовом числе; в табл. XIV—5 приведены полученные им данные, отнесенные к 100 кг поступающей на перегонку смеси.

Из данных табл. XIV—5 видно, что при слабых концентрациях спирта, которые имеют место при перегонке бражки, повышение давления в колонне приводит к уменьшению расхода пара. Отсюда вытекает теплотехническая целесообразность при проектировании многоколонных аппаратов с различными давлениями в отдельных колоннах устанавливать максимальное давление в бражной колонне. Однако с точки зрения технологической это едва ли целесообразно, так как при высокой температуре в бражной колонне более интенсивно идут нежелательные

Т а б л и ц а XIV-5

Концентрация спирта в перегоняемой жидкости, % мас.	Расход пара в кг на перегонку водно-спиртовой жидкости под давлением		
	2 бар	1 бар	0,0525 бар
4,0	10,65	11,40	17,30
8,0	12,40	13,60	19,00
16,2	18,80	18,30	23,20
24,6	31,70	26,20	30,20
33,3	40,20	35,60	34,90

процессы эфиобразования. При работе бражных колонн под давлением оказывается целесообразным установить две бражные колонны с параллельным питанием бражкой.

Пар из котельной поступает в одну из этих колонн, вторая же обогревается парами, отходящими из первой колонны. Разумеется, давлением в ней должно быть меньше, чем в первой.

Впервые схема такого рода была предложена в диссертации Е. Ф. Четверикова, выполненной под руководством С. Е. Харина в 1948 г. [11]. В этом аппарате было запланировано 4 колонны: две бражные, элюрационная и ректификационная. Первая бражная колонна работает под давлением 2,5 бар, вторая — 1 бар, элюрационная и ректификационная — под давлением 0,125 бар. Греющий пар поступал в первую бражную колонну, остальные колонны в основном обогревались вторичным паром.

Таким образом, благодаря трем ступеням давления в аппарате достигалась большая экономия тепла, составлявшая 42% от того тепла, которое расходуется при обычной схеме перегонки и ректификации. Расчеты, проведенные Четвериковым, относились к перегонке бражки гидролизных заводов. Для уточнения вопроса о расходе тепла при перегонке бражки спиртовых заводов по заданию автора инж. Л. А. Безуглая [1] спроектировала многоколонный брагоректификационный аппарат с многократным использованием тепла производительностью 5000 дал безводного спирта в сутки.

Установка состоит из 5 колонн: двух бражных, элюрационной, ректификационной и сивушной. Первая бражная колонна работает под давлением 3 бар, вторая — 1,8 бар, ректификационная и сивушная — под атмосферным давлением и элюрационная — под вакуумом 560 мм рт. ст.

Тепловые расчеты показали, что расход пара в запроектированном аппарате составит 25,3 кг на 1 дал безводного спирта. Расход пара при обычной схеме пятиколонного аппарата составляет около 45 кг на 1 дал безводного спирта.

Таким образом, экономия пара составит $\sim 40\%$, что совпадает с подсчетами Четверикова.

Из изложенного ясно, что многоколонные брагоректификационные аппараты с многократным использованием тепла могут дать значительную экономию топлива. Так, завод, производящий 5000 дал спирта в сутки, может сберечь свыше 2500 т угля

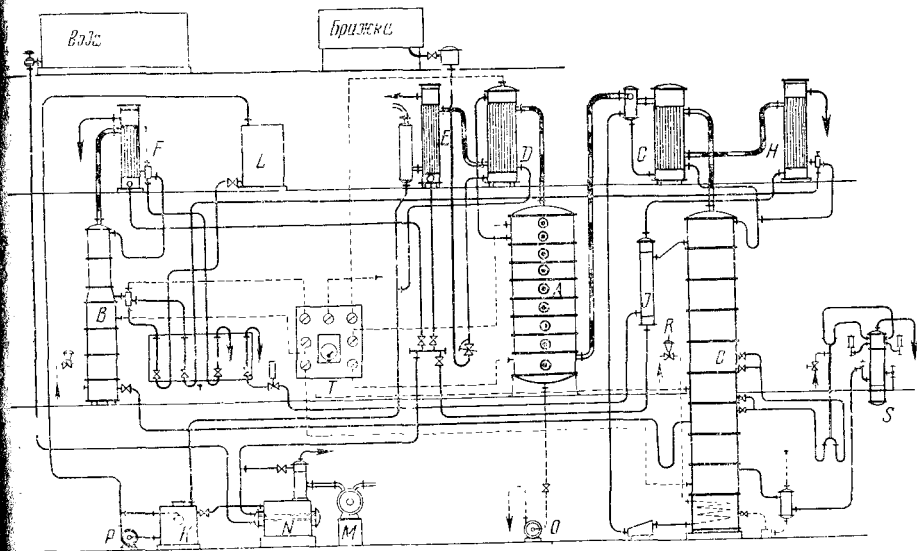


Рис. XIV-5. Схема брагоректификационного аппарата с использованием вторичного пара:

А — бражная колонна, работающая под вакуумом, В — эпорационная колонна, С — ректификационная колонна, G — дефлегматор-кипятильник, Н — конденсатор ректификационной колонны, D — дефлегматор бражной колонны, Е — конденсатор бражной колонны, К — сборник, Р — насос бражного конденсата, L — сборник, R — парорегулятор, N — абсорбер, E — вакуум-насос, T — доска КИП, O — насос, I — холодильник ректификата, S — узел отбора сивушного масла.

в год. Запроектированная установка будет стоить несколько дороже обычной, но затраты быстро окупятся за счет уменьшения расхода топлива.

Принцип использования вторичного пара в многоколонных аппаратах получил применение в аппаратах для производства виски на заводах США [12].

За последние годы аппараты с использованием вторичного пара строились также во Франции. На рис. XIV—5 представлена схема брагоректификационного аппарата французской фирмы Спейшим. Согласно каталогу этой фирмы за 1965 г., аппарат предлагается для производства спирта крепостью 96,2—96,5% об. высшего качества (extra-neutral). Аппарат имеет три колонны: бражную А, эпорационную В и ректификационную С.

Колонна *A* обогревается вторичным паром из кипятильника-дефлегматора *G*. Бражной конденсат перекачивается в элюационную колонну насосом *P*.

Вакуум создается насосом *M*.

Другой тип аппарата с использованием вторичного пара предназначен для получения высокоградусного спирта (90—94°) без отбора фракций. Он имеет две бражные колонны и укрепляющую колонну. Одна из бражных колонн работает под ва-

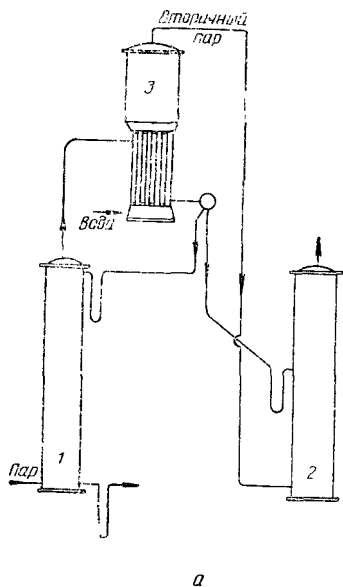
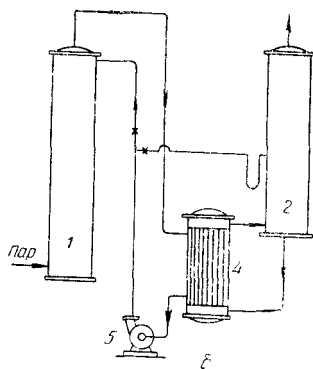


Рис. XIV-6. Схемы использования вторичного пара:

1, 2 — колонны, 3 — дефлегматор-испаритель, 4 — дефлегматор-кипятильник, 5 — насос.



куумом, другая — под нормальным давлением. Пар из укрепляющей колонны поступает в дефлегматор-кипятильник. Вторичный пар из дефлегматора обогревает первую колонну. Бражка поступает из напорного бака двумя потоками в обе колонны. Оба описанных аппарата работают по принципу косвенного действия.

На рис. XIV—6 приведены принципиальные схемы использования вторичного пара в описанных выше аппаратах. Показанная на рис. XIV—6, *a* колонна 1 работает под давлением p_1 , а колонна 2 — под давлением p_2 . При этом $p_1 > p_2$. Пары из колонны 1 поступают в дефлегматор-испаритель 3, представляющий собой выпарной аппарат того или другого типа. Пары поступают в межтрубное пространство и здесь конденсируются. За счет тепла их конденсации происходит испарение воды, находящейся в соковом пространстве выпарной установки. Вторичный пар поступает в колонну 2 для ее обогрева.

На рис. XIV—6, б показана другая схема использования вторичного пара. Здесь 1 и 2 колонны, работающие под давлением p_1 и p_2 , и $p_1 > p_2$. Дефлегматор-кипятильник 3 обогревается паром из колонны 1. Конденсат этого пара может быть использован как флегма или же направлен в другую колонну для дальнейшей разгонки. Он откачивается насосом. Теплообменник 4

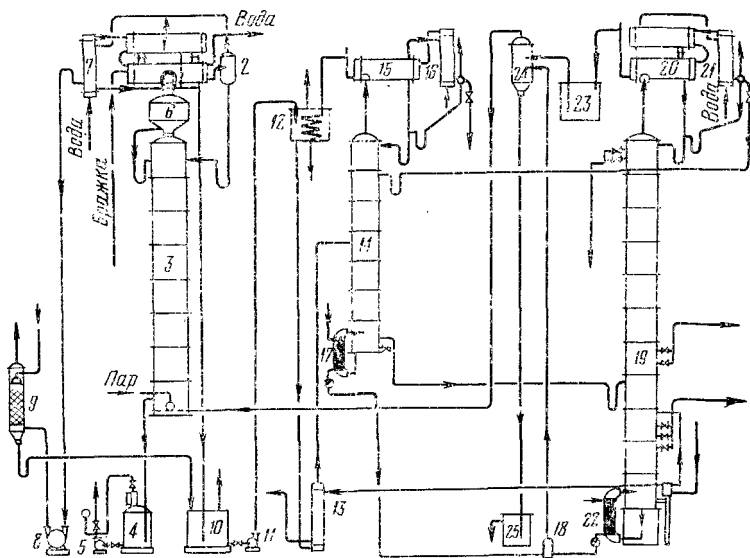


Рис. XIV-7. Схема брагоректификационного аппарата, предложенная В. И. Баранцевым:

1 — дефлегматор бражной колонны, 2 — сепаратор углекислоты, 3 — бражная колонна, 4 — промежуточный сборник для барды, 5 — насос, 6 — ловушка, 7 — конденсатор, 8 — вакуум-насос, 9 — спиртовая ловушка, 10 — сборник дистиллята, 11 — насос, 12 — сборник дистиллята, 13 — подогреватель, 14 — эaporationная колонна, 15 — дефлегматор, 16 — конденсатор, 17 — кипятильник, 18 — сборник конденсата, 19 — ректификационная колонна, 20 — дефлегматор, 21 — конденсатор, 22 — кипятильник, 23 — сборник горячей воды, 24 — испаритель, 25 — барометрический ящик.

присоединен к колонне 2, для которой он служит испарителем. Образующийся в нем пар поступает в колонну.

В заключение приведем оригинальную схему брагоректификационного аппарата, разработанную В. И. Баранцевым, и рекомендованную для внедрения (рис. XIV—7).

Под вакуумом 600—620 мм рт. ст. находится бражная колонна 3. Она обогревается паром из испарителя 24. В испарителе образуются пары за счет самоиспарения конденсатов, поступающих из кипятильников 17, 22 эaporationной 14 и ректификационной 19 колонн. Недостаток пара покрывается за счет ретурного. Расчеты показали, что при такой тепловой схеме экономия пара составляет 12% [13].

§ 6. О ПЕРЕГОНКЕ БРАЖКИ ПОД ВАКУУМОМ С СОХРАНЕНИЕМ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНЫХ ДРОЖЖЕЙ

При составлении схемы аппарата с использованием вторичного пара основным вопросом является вопрос о том, какое давление должно быть создано в той или другой колонне многоколонного аппарата. С этой точки зрения весьма интересен вопрос: нельзя ли провести перегонку бражки при таких температурах, чтобы дрожжи в барде оставались жизнедеятельными? Очевидно, это возможно только при достаточно глубоком вакууме в бражной колонне. При этом бражная колонна могла бы обогреваться паром ректификационной колонны, работающей при нормальном давлении.

Если бы в отходящей из аппарата барде дрожжи сохранились живыми, то на сепарацию отправлялась бы не бражка, содержащая спирт, а барда. Вследствие этого значительно уменьшались бы потери спирта, неизбежные при сепарации бражки. Промывные воды не разбавляли бы бражку, так как их не направляли бы на перегонку. Кроме того, как мы видели в гл. XIII, понижение температуры кипения в бражной колонне должно повести к замедлению процесса эфиобразования и к улучшению качества сырца.

Исследование этого вопроса проведено В. И. Баранцевым в работе, выполненной под руководством А. И. Скирстымонского и автора на Лохвицком спирткомбинате [14].

В этом исследовании В. И. Баранцев сначала в лабораторных опытах установил, что при перегонке под вакуумом 730 мм рт. ст. дрожжи сохраняются довольно хорошо. Процент мертвых клеток увеличивается незначительно, а подъемная сила дрожжей не уменьшается. Это дало основание предположить, что перегонка под вакуумом даст возможность выделять пекарские дрожжи из барды.

Для выяснения этого вопроса В. И. Баранцев соорудил на Лохвицком спирткомбинате полупроизводственную бражную колонну, работавшую под вакуумом. Установка имела колонну диаметром 81 мм и высотой 10,5 м. Колонна имела 25 провальных тарелок живым сечением 12,5% с расстоянием между тарелками 350 мм.

Вакуум создавался суховоздушным насосом. В верхней части колонны вакуум был равен 710 мм рт. ст., а в нижней 675—680 мм рт. ст.

Результаты исследования показали, что при этих условиях перегонки дрожжи сохраняются живыми и могут быть использованы для получения пекарских дрожжей. Было также выяснено, что качество спирта-сырца при перегонке под вакуумом значительно улучшается; это, по-видимому, может быть объяс-

нено тем, что химические процессы, ведущие к образованию примесей в бражной колонне, при низкой температуре идут менее интенсивно. Работа В. И. Баранцева показала возможность перегонки с сохранением жизнедеятельных дрожжей.

§ 7. ВЛИЯНИЕ ВАКУУМА НА ОТБОР ГОЛОВНЫХ И ХВОСТОВЫХ ПРИМЕСЕЙ

Если работой В. И. Баранцева было достаточно освещено влияние вакуума на процесс брагоперегонки, то вопрос о влиянии вакуума на процесс отбора головных и хвостовых примесей менее изучен. Разведочное исследование в этом направлении проведено в Московском институте тонкой химической технологии Н. И. Гельпериным и П. К. Бобковым [15] в 1956 г.

Опыты проводились в лабораторном кубовом аппарате со стеклянной колпачковой тарелкой без дефлегматора. Емкость куба составляла ~1,7 л. Ректификация проводилась при нормальном давлении и при остаточном давлении 50 мм рт. ст. Затем на основании групповых анализов состава дистиллята и кубового остатка выполнялись расчеты с целью определения коэффициентов испарения и коэффициентов ректификации примесей. Определение проводилось при загрузке куба сырцом без предварительной обработки или сырцом, предварительно химически очищенным по способу Грацианова.

Результаты определений коэффициентов испарения при загрузке куба спиртом-сырцом приведены в табл. XIV—6.

Данные, полученные при загрузке куба очищенным спиртом-сырцом, приведены в табл. XIV—7.

Учтем, что в области концентраций этилового спирта от 70 до 90% об. коэффициент испарения его при изменении давления от 760 до 50 мм рт. ст. изменяется очень незначительно, а именно: при крепости 77% об. на 1%, при крепости 89,5% об. также на 1%.

Следовательно, можно принять, что приведенные в табл. XIV—5 и XIV—6 показатели дают также и соотношения коэффициентов ректификации примесей. Не останавливаясь на абсолютных значениях, полученных авторами величин, отметим только тенденцию к изменению коэффициентов при изменении давления.

При понижении давления в пределах исследованных концентраций при вакууме эфиры будут иметь несколько меньший коэффициент ректификации. Коэффициент ректификации альдегидов возрастает при работе под вакуумом, а коэффициент ректификации сивушного масла при вакууме также будет больше, чем при нормальном давлении.

Таблица XIV-6

Коэффициенты испарения примесей спирта-сырца при разных давлениях

Крепость сырца в кубе, % об.	Коэффициенты испарения при давлении, мм рт. ст.					
	760		50		760	
	эфирь		альдегиды		сивушное масло	
68	—	—	0,1	—	—	—
70	—	—	0,15	—	—	—
72	0,3	—	0,18	—	—	—
74	0,3	—	0,20	—	—	—
76	0,3	0,15	0,23	—	—	—
78	0,3	0,16	0,24	—	0,125	0,5
80	0,5	0,20	0,25	0,75	0,15	0,56
82	1,0	0,22	0,50	0,75	0,27	0,66
84	2,5	0,24	2,5	1,5	0,44	0,8
86	4,25	0,25	4,5	2,5	0,62	—
88	—	0,75	—	3,5	0,78	—
89	—	1,5	—	3,75	—	—
89,5	—	4,25	—	—	—	—

Таблица XIV-7

Коэффициенты испарения при загрузке куба очищенным сырцом

Крепость сырца, % об.	Коэффициенты испарения при давлении, мм рт. ст.					
	760		50		760	
	эфирь		альдегиды		сивушное масло	
72	—	—	—	6,50	—	0,35
74	0,70	0,52	—	5,52	0,05	0,375
76	0,68	0,515	—	4,75	0,06	0,400
78	0,67	0,51	0,05	3,90	0,068	0,405
80	0,64	0,50	0,1	3,50	0,078	0,415
82	0,64	0,49	0,15	3,26	0,09	0,430
84	0,62	0,48	0,30	3,255	0,105	0,445
86	0,60	0,475	0,60	3,25	0,13	0,470
88	2,25	1,0	3,5	3,75	0,20	0,64
89	3,50	3,0	7,0	4,0	0,50	—
89,5	5,5	—	6,70	6,70	—	—

В экспериментальном материале этой работы остается много неясного и требующего разъяснения. Однако все же можно сделать некоторые выводы. По-видимому, можно ожидать следующих результатов применения вакуума в эпорационной и ректификационной колоннах.

1. Место отбора сивушного масла должно быть установлено выше обычного, так как коэффициент ректификации его возрастает.

2. Выделение альдегидов будет облегчено применением вакуума.

3. На выделение эфиров вакуум не окажет существенного воздействия.

В. Г. Скибало [16, 17] также исследовал вопрос о влиянии давления на процесс выделения примесей при ректификации. Опыты были проведены на колонне, работавшей по замкнутому циклу при изменении давления от 40 до 1140 мм рт. ст. и при изменении крепости навалки от 39,5 до 90% об.

Исследование показало, что давление в колонне оказывает существенное влияние на процесс выделения эфиров и альдегидов при эюрации. Скибало подтвердил, что изменение давления оказывает более существенное влияние на выделение альдегидов, чем на выделение эфиров. При этом наблюдается интересное явление: автор установил, что имеется два оптимальных давления для выделения альдегидов: 110 и 1140 мм рт. ст. (при крепости навалки 39,5% об.). Для эфиров при этой крепости навалки влияние изменения давления незначительно.

При эюрации крепкого спирта (сырца) автор нашел для выделения эфиров оптимальным давление 100 мм рт. ст.

Опыты Скибало не дали убедительного ответа о целесообразности проведения эюрации под вакуумом. Необходимо проведение исследований в условиях, близких к производственным.

§ 8. АППАРАТЫ С ТЕРМОКОМПРЕССИЕЙ

Последний тип аппаратов, рассматриваемых нами, — это аппараты с термокомпрессором. Схема такого аппарата дана на рис. XIV—8. На этой схеме изображен одноколонный аппарат. Поступающий на перегонку продукт подогревается в теплообменнике 1 и поступает в колонну 2. Отходящий остаток отдает свое тепло в теплообменнике. Водно-спиртовые пары из аппарата поступают в компрессор 3, откуда после сжатия направляются в теплообменник 4, обогревающий колонну. Конденсат паров насосом 5 частично возвращается в колонну в качестве флегмы, а частично отводится как дистиллят.

На рис. XIV—9 приведена другая схема установки с термокомпрессором.

Колонна этого аппарата питается подогретой в теплообменнике 2 бражкой. Бражка нагревается за счет тепла отходящей барды. Спиртовые пары конденсируются в дефлегматоре-испарителе 3. В трубках испарителя циркулирует вода, которая, испаряясь, образует вторичный пар, поступающий на компрессор 4. Сжатый водяной пар направляется в колонну. Необходимый вакуум в паровом пространстве испарителя поддерживается при помощи компрессора 4.

Марийе [8] приводит данные о работе аппаратов с термокомпрессором. Из этих данных следует, что применение термо-

компрессора экономит до 40% пара, т. е. примерно столько же, сколько экономит многоколонный аппарат с несколькими ступенями давления. Однако эти данные вызывают некоторые сомнения. Как известно, экономический эффект, даваемый термокомпрессором, значителен в том случае, когда разница между температурой кипящей жидкости и температурой насыщенного пара при давлении в аппарате незначительна. Иначе говоря,

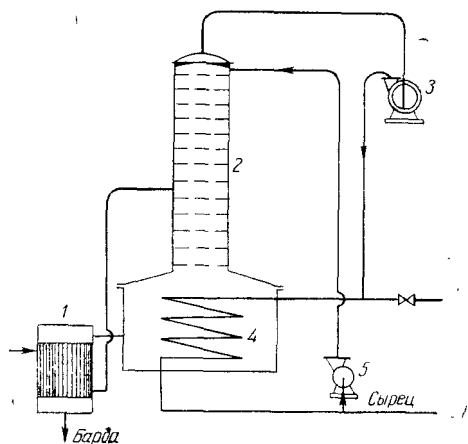


Рис. XIV-8. Схема брагоперегонного аппарата с термокомпрессором:
1 — подогреватель, 2 — колонна, 3 — компрессор, 4 — теплообменник, 5 — насос.

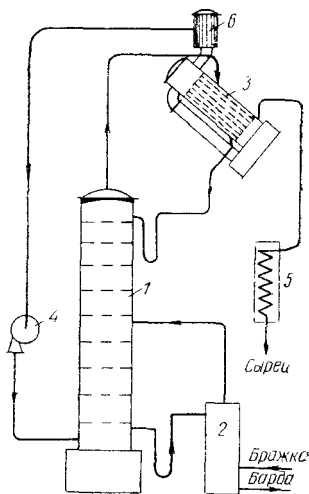


Рис. XIV-9. Схема брагоперегонного аппарата с термокомпрессором:
1 — колонна, 2 — теплообменник, 3 — дефлегматор-испаритель, 4 — компрессор, 5 — холодильник, 6 — сепаратор пара.

для того чтобы применение термокомпрессора было эффективным, депрессия раствора должна быть небольшой.

В случае применения термокомпрессора к ректификационному аппарату мы имеем своеобразный температурный режим.

В нижней части колонны температура значительно выше, чем в верхней, так как содержание нижскипящего компонента возрастает по мере продвижения паров к верхней части колонны.

Следовательно, разница температур возникает прежде всего за счет разницы концентраций нижекипящего компонента в нижней и в верхней частях колонны.

Пары из колонны поступают в дефлегматор-кипятильник в качестве греющего пара. Естественно, что для конденсации пара необходимо иметь некоторую разность температур между

греющим паром и кипящей жидкостью. Следовательно, вторичный пар из дефлегматора-кипятильника будет иметь еще меньшую температуру, чем пары, поступающие из колонны. Это поведет к тому, что разность температур пара, поступающего в компрессор, и пара, обогревающего ректификационную колонну, станет весьма значительной. Все сказанное заставляет отнестись с недоверием к возможности получения значительного эффекта от применения термокомпрессора.

М. С. Козлова под руководством автора провела расчет ректификационного аппарата производительностью 2000 дал безводного спирта в сутки с применением термокомпрессора. Было выполнено два варианта расчета: установка с инжектором и установка с турбокомпрессором с использованием отработавшего пара турбины [1]. В результате расчетов установлено, что первый вариант может дать экономию тепла 16—20%, а второй 17—35%, в зависимости от условий работы. Однако следует учесть, что затраты на установку турбокомпрессора более значительны.

Практическое применение турбокомпрессор получил в гидролизной и сульфитно-спиртовой отраслях промышленности Советского Союза. В этих отраслях вследствие низкой концентрации спирта в бражке расход пара на брагоректификационные аппараты весьма велик. При этом значительная часть тепла, расходуемого в брагоперегонном аппарате, затрачивается на обогрев барды. Это прекрасно демонстрируется диаграммой (рис. XIV—10) тепловых потоков брагоперегонного аппарата [18, 19].

Как видно из диаграммы, количество тепла, уносимое бардой, велико. Температура барды 103—106° С. К. П. Андреев и А. В. Зеленщиков предложили использовать значительную часть этого тепла при помощи паронинжекционной установки. Такая установка была построена на двух сульфитно-спиртовых заводах. Схема установки приведена на рис. XIV—11.

Работа установки протекала следующим образом. Барда через регулятор уровня прямого действия 3, связанный с шибером 6, поступает в испаритель 1. Барда вводится в испаритель тангенциально, что обеспечивает более интенсивное ее самоиспарение.

Испаритель снабжен двумя инжекторами 2, которые отсасывают из испарителя пары, выделившиеся из барды. Тем самым в испарителе создается разрежение, вызывающее интенсивное самоиспарение. Инжектор сжимает вторичные пары, выделившиеся из барды, и возвращает их в колонну.

На рис. XIV—10 приведена диаграмма, составленная К. П. Андреевым и его сотрудниками [19]. На диаграмме весьма наглядно представлен тепловой поток брагоперегонного аппарата с паронинжекционной установкой. Как видно из диаграм-

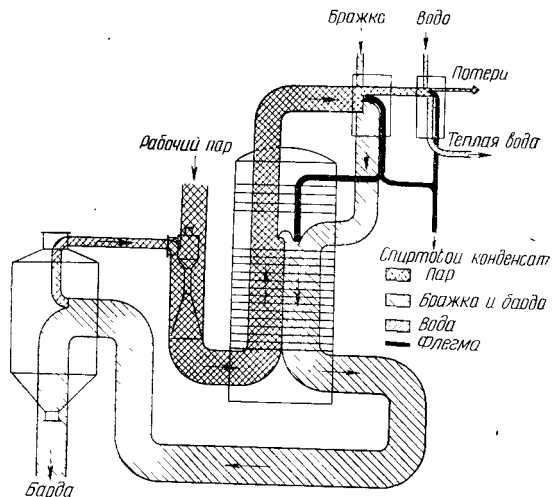


Рис. XIV-10. Диаграмма тепловых потоков в брагоперегонном аппарате при использовании тепла паров самонспарения барды.

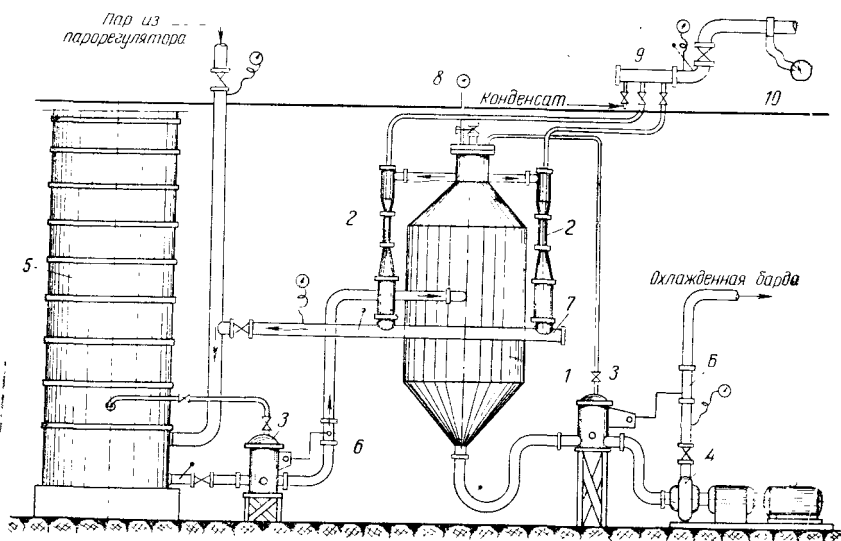


Рис. XIV-11. Принципиальная технологическая схема паронинжекционной установки гидролизного завода:

- 1 — испаритель, 2 — паронинжекторы, 3 — регуляторы уровня, 4 — бардяной насос, 5 — бражная колонна, 6 — шиберы, 7 — коллектор сжатого пара, 8 — вакуумметр, 9 — коллектор рабочего пара, 10 — паромер.

мы, таким путем удается использовать только часть тепла, содержащегося в барде, а большая часть его остается неиспользованной, однако и имеющаяся экономия тепла достаточно значительна.

Как показали наблюдения над производственными установками, работа установок может быть иллюстрирована следующими данными (табл. XIV—8).

Таблица XIV-8
Результаты испытаний паронинжекционных установок [19]

Показатели	Нагрузка колонны по бражке, м ³ /ч	При давлении рабочего пара, поступающего в инжектор, бар					
		4	5	6	7	8	9
Перепад температуры барды, град	20	—	10,3	13,6	16,2	17,6	18,2
	36	7	10,4	12,8	14,4	15,9	16,1
Коэффициент инжекции, <i>и</i>	29	—	0,237	0,252	0,252	0,235	0,213
	36	0,298	0,297	0,295	0,278	0,264	0,233
Коэффициент полезного действия, η	29	—	0,14	0,151	0,154	0,141	0,119
	36	0,181	0,169	0,174	0,156	0,145	0,125
Экономия пара на перегонку, %	29	—	14,2	18,7	22,2	24,0	24,9
	36	11,0	14,4	17,6	19,9	21,8	22,1

Как известно, коэффициент инжекции *и* показывает, какое количество вторичного пара (в кг) засасывается и сжимается в инжекторе на каждый килограмм поступившего в инжектор рабочего пара.

Из данных табл. XIV—8 видно, что величина коэффициента инжекции при работе установки колеблется в пределах 0,2—0,3 кг/кг.

Коэффициент полезного действия η характеризует эффективность пароструйного инжектора. Теоретически он не превышает 0,35. Обычные его значения для производственных установок 0,2—0,25. Сравнительно низкое значение к. п. д. при проведенных испытаниях говорит о том, что конструкция установки была не вполне удачной.

Несмотря на это простая и недорогая установка, изготовленная на заводе, дала экономию пара до 20%. Поэтому есть все основания считать предложенный метод утилизации отбросного тепла барды перспективным и для спиртовой промышленности.

Имеются также предложения об использовании тепла барды для подогрева воды, идущей на отопительные цели, однако и эти предложения реализованы на немногих заводах. Поэтому представляется целесообразным использовать описанный выше опыт сульфитно-спиртовых заводов.

Вопрос о многократном использовании тепла в ректификационных и брагоректификационных установках в настоящее время может считаться достаточно хорошо разработанным. Применение этого принципа сулит значительные экономические выгоды, обоснованные теоретическими расчетами и производственными опытами. Необходимо перейти к внедрению принципа многократного использования тепла в практику спиртовых и ликеро-водочных заводов Союза.

При этом, конечно, возникает ряд вопросов и затруднений, но они могут и должны быть разрешены, поскольку с несомненностью доказана экономическая целесообразность предлагаемого принципа использования тепла.

ЛИТЕРАТУРА

1. Стабников В. Н. Использование вторичного пара в пищевой промышленности. Гизлегпищепром, 1953.
2. Стабников В. Н., Бойченко Н. Г. Использование вторичного тепла в пищевой промышленности. Киев, изд-во «Техника», 1965.
3. Жура К. Д. Труды КТИППа им. А. И. Микояна. Вып. 5, 1946.
4. Четвериков Е. Ф. «Гидролизная промышленность», 1952, № 3.
5. Стабников В. Н., Степанец К. П. Бюллетень технической информации Министерства пищевой промышленности, № 4, 1949.
6. Харин С. Е. Бюллетень технической информации Министерства пищевой промышленности, № 6, 1949.
7. Wenthworth T. O., Othmer D. T., Pohler G. M. Absolute alcohol and economical method for its manufacture, 1943.
8. Марийе Ш. Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Снабтехиздат, 1934.
9. Тобилевич Н. Ю., Сагань И. И., Гаряжа В. Т., Ткаченко С. И. «Спиртовая промышленность», 1963, № 1.
10. Gregor E. Kvasny grūmysl. 1955, № 5. Реферат в журнале «Спиртовая промышленность», 1956, № 1.
11. Четвериков Е. Ф. Многократное использование пара при перегонке и ректификации спирта. Кандидатская диссертация, Воронежский химико-технологический институт, 1948.
12. Kirk and Othmer. Encyclopedia of Chemical Engineering.
13. К итогам конкурса на тему: «Усовершенствование брагоректификационных и ректификационных аппаратов». «Ферментная и спиртовая промышленность», 1964, № 6.
14. Баранцев В. И. Труды КТИППа. Вып. 22, 1959; см. также «Спиртовая промышленность», 1960, № 3.
15. Гельперин Н. И., Бобков П. К. Получение чистого этилового спирта-сырца при различных давлениях. Отчет по хозяйству, выполненной для Главспирта, 1956.
16. Скибало В. Г. Эпиорация спирта-сырца при различных давлениях и крепостях. «Спиртовая промышленность», 1961, № 8.
17. Скибало В. Г. «Спиртовая промышленность», 1962, № 3.
18. Андреев К. П., Зеленщиков А. В., Ивановский Н. А., Прахье И. С. «Гидролизная и лесохимическая промышленность», 1956, № 1.
19. Андреев К. П., Бобореко Э. А., Игнатьева И. С. Пароинжекционная установка для использования тепла барды. Центральное бюро технической информации гидролизной промышленности, 1957.

АВТОМАТИЗАЦИЯ КОНТРОЛЯ И УПРАВЛЕНИЯ АППАРАТАМИ

§ 1. ЗАДАЧИ АВТОМАТИЗАЦИИ

Внедрение автоматизации управления производственными процессами является определяющим фактором технического прогресса. Автоматическое управление аппаратом устраняет субъективные ошибки обслуживающего персонала и создает необходимую предпосылку для ритмичной работы аппарата.

Внедрение автоматизации управления и контроля повышает производительность труда и улучшает его условия.

Брагоперегонные и брагоректификационные аппараты являются аппаратами непрерывного действия. Ректификационные аппараты могут быть как непрерывного, так и периодического действия, однако последние относятся к отживающему типу оборудования. Поэтому можно утверждать, что аппаратура для перегонки и ректификации, работающая в промышленности, непрерывного действия.

Непрерывность производственного процесса — одна из основных предпосылок автоматизации производства. Непрерывность и автоматизация производственных процессов — факторы взаимосвязанные, так как непрерывное производство становится наиболее эффективным при его комплексной автоматизации.

Непрерывно действующие брагоперегонные, ректификационные и брагоректификационные аппараты с этой точки зрения можно считать объектом, вполне подготовленным к полной автоматизации контроля и управления. Следует, однако, заметить, что до настоящего времени аппараты для перегонки и ректификации в спиртовой промышленности еще недостаточно автоматизированы, хотя некоторые узлы аппаратов управляются автоматически издавна. Из автоматизированных узлов следует указать подачу пара в аппараты, отвод барды и лютера из бражной и ректификационной колонн, подвод воды к дефлегматорам.

В большинстве случаев для регулирования их использовались регуляторы прямого действия. В настоящее время перед промышленностью стала задача комплексной автоматизации аппаратов, однако для решения этого вопроса предстоит еще, как мы увидим далее, сделать многое.

Цель ректификационного процесса состоит в разделении сложной смеси летучих компонентов на чистые компоненты или на фракции, каждая из которых отвечает определенным требованиям в отношении состава, вкуса и физико-химических свойств.

Задача регулирования ректификационного процесса заключается в том, чтобы обеспечить заданную точность разделения при максимальной производительности аппарата и максимальной экономичности процесса. При ручном регулировании аппарата это достигается в результате сознательной деятельности аппаратчика, который, руководствуясь показаниями контрольно-измерительных приборов, изменяет те или иные параметры, определяющие работу аппарата, реагируя на те или иные изменения в показаниях приборов [1, 2].

Вследствие тех или иных причин эта реакция всегда будет несколько запоздалой, что приводит к понижению качества продуктов, увеличению потерь и понижению производительности аппарата.

При автоматическом регулировании процесса работу аппаратчика заменяют работой приборов-регуляторов, которые реагируют на возмущения в процессе более быстро, выравнивая и стабилизируя процесс. Вследствие этого устраняются дефекты ручного регулирования, что дает экономию в расходе тепла, воды и уменьшает потери, обеспечивая максимальную производительность.

Высшей формой автоматизации является включение в систему управления счетно-решающей машины, определяющей наилучший вариант изменения регулируемых параметров и осуществляющей эти изменения при помощи регуляторов. В этом случае на систему регулирования возлагается задача — выбрать наилучший вариант регулировки.

Такая система, выполняя заданную наладчиком программу, обеспечивает целесообразный вариант регулировки при быстрой реакции на возмущения процесса [3, 4, 5].

§ 2. СХЕМА ПОТОКОВ В РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТАХ И ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ ВОЗМУЩЕНИЯ

На рис. XV—1 приведена схема брагоперегонного аппарата и показаны основные потоки, входящие и выходящие из аппарата.

Нетрудно заметить, что схемы всех колонн многоколонных аппаратов повторяют с небольшими видоизменениями эту схему. Рассмотрим поэтому приведенную схему потоков.

Как видно из рисунка, они будут слагаться из следующих частей:

1) питание колонны, которое может быть подано в виде жидкости или пара;

- 2) обогревающий колонну пар (паровой поток);
- 3) отходящий из нижней части колонны отход, который может быть либо отходом производства (барда), либо нижним продуктом (эпюрат в эпюрационной колонне);
- 4) дистиллят, являющийся верхним продуктом, содержащим нижекипящую фракцию;

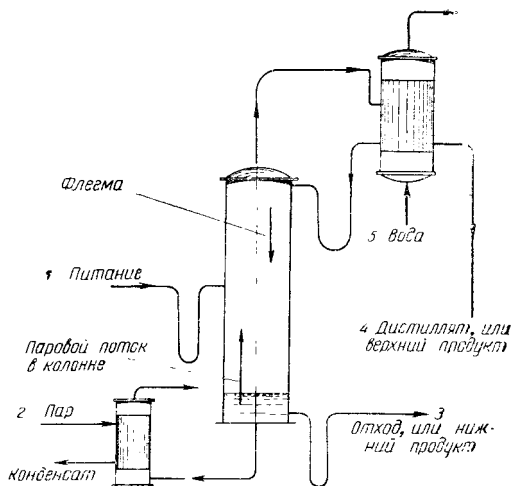


Рис. XV-1. Схема погоков в ректификационной колонне.

5) холодная вода, поступающая на дефлегматор (или дефлегматор и конденсатор). Этот поток определяет поток флегмы в колонне.

С теми или иными незначительными вариациями эта схема потоков повторяется в каждой колонне любого аппарата.

Рассмотрим теперь применительно к указанной схеме основные причины отклонения работы аппарата от заданного режима, или, как их принято называть, «источники возмущения».

Эти источники возмущения связаны с изменением количественной или качественной характеристики того или иного потока, поступающего в колонну. Такие возмущения происходят при следующих условиях

- 1) изменении количества исходной смеси (питания), поступающей в колонну;
- 2) изменении состава исходной смеси (питания);
- 3) изменении температуры питания;
- 4) изменении давления водяного пара, поступающего для обогрева колонны;
- 5) изменении количества воды, поступающей на дефлегма-

тор. Это изменение связано с колебаниями давления в подающей воду системе;

б) изменении температуры воды, поступающей на дефлегматор.

Если каждый из указанных параметров остается постоянным при оптимальном режиме работы колонны, то она работает вполне стабильно и дает постоянный поток дистиллята необходимого состава при оптимальном флегмовом числе и оптимальных потоках пара и флегмы.

Если же какой-либо из потоков изменяется в количественном или качественном отношении, то регулирующие органы должны так изменить соотношение потоков, чтобы устранить влияние возмущающего фактора.

§ 3. РЕГУЛИРУЕМЫЕ ПАРАМЕТРЫ РЕКТИФИКАЦИОННОГО ПРОЦЕССА

То или иное возмущение вызывает изменение качественных показателей ректификационного процесса, которые носят название регулируемых параметров.

Такими регулируемыми параметрами в процессе ректификации являются температура и давление пара в определенных точках колонны, разность давлений в различных точках колонны, что связано со скоростью пара и конструктивными факторами, качественный состав головного и нижнего продуктов или промежуточного продукта [2].

Влияние того или иного возмущающего фактора сказывается на величинах регулируемых параметров. Поддержание этих параметров на определенном уровне и есть задача регулирующего устройства. В практике ректификации спиртового производства в настоящее время в качестве регулируемых параметров чаще всего выбирают температуру и давление (или перепад давления).

Качественные показатели, связанные с составом продуктов или полупродуктов, редко употребляются в качестве регулируемых параметров из-за сложности и пока еще малой надежности такого рода устройств. Чаще всего в качестве регулируемых параметров выбирают температуру в определенных точках аппарата [6].

Установление таких точек — существенный фактор правильной организации регулирования процесса.

Желательно выбрать такие места (тарелки), на которых наиболее чувствительно отражается изменение в режиме работы аппарата.

Для нахождения такой точки рекомендуется поставить эксперимент при неизменном составе и количестве питания. Изменяя флегмовое число, наблюдают за изменением температуры

на тарелках. Та тарелка, на которой изменение в температуре пара или жидкости будет максимальным, будет наиболее «чувствительной» к изменению режима.

Регулируемый параметр, в данном случае температура, должен замеряться именно на этой тарелке. Здесь должен быть установлен датчик регулятора.

§ 4. ПРИНЦИПАЛЬНЫЕ СХЕМЫ АВТОМАТИЗАЦИИ ИЗОЛИРОВАННЫХ КОЛОНН

Рассмотрим сначала схемы регулирования отдельных колонн ректификационных аппаратов.

Схемы раздельного (независимого) регулирования

Независимым регулированием нескольких связанных взаимно величин называют такое регулирование, при котором на каждый регулирующий орган воздействует отдельный регулятор, реагирующий на изменение только одной из регулируемых величин.

Таким образом, при раздельном регулировании параметров процесс стабилизируется путем устранения возмущающего фактора при помощи отдельного для каждого фактора регулятора. Это приводит к необходимости установки большого количества регуляторов сравнительно простой конструкции. Нельзя, конечно, считать эти регуляторы вполне изолированными одни от другого, так как они связаны между собой через процесс, идущий в аппарате, но эта связь косвенная.

Таким образом, при раздельном регулировании каждый материальный поток снабжается соответствующим регулятором.

Ниже приведены схемы изолированного управления основными материальными потоками колонны.

Регулирование количества питания

На рис. XV—2 приведены схемы регулирования питания колонны, применяемые в спиртовой промышленности. На рис. XV—2, А показана схема питания, при которой стабильность достигается при помощи установки на трубопроводе, питающем колонну, регулятора расхода. Датчик — дифференциальный манометр, диафрагма которого установлена на питающем трубопроводе, управляет диафрагмовым вентилем. Однако такая система питания пригодна только для чистых жидкостей, не забивающих диафрагму.

Для питания колонны бражкой при подаче ее паровым насосом применяются схемы рис. XV—2, Б. В этой схеме регулируемым параметром является температура паров на выходе из

бражной колонны. Регулятор температуры управляет вентилем на паровой коммуникации, подающим пар на паровой насос.

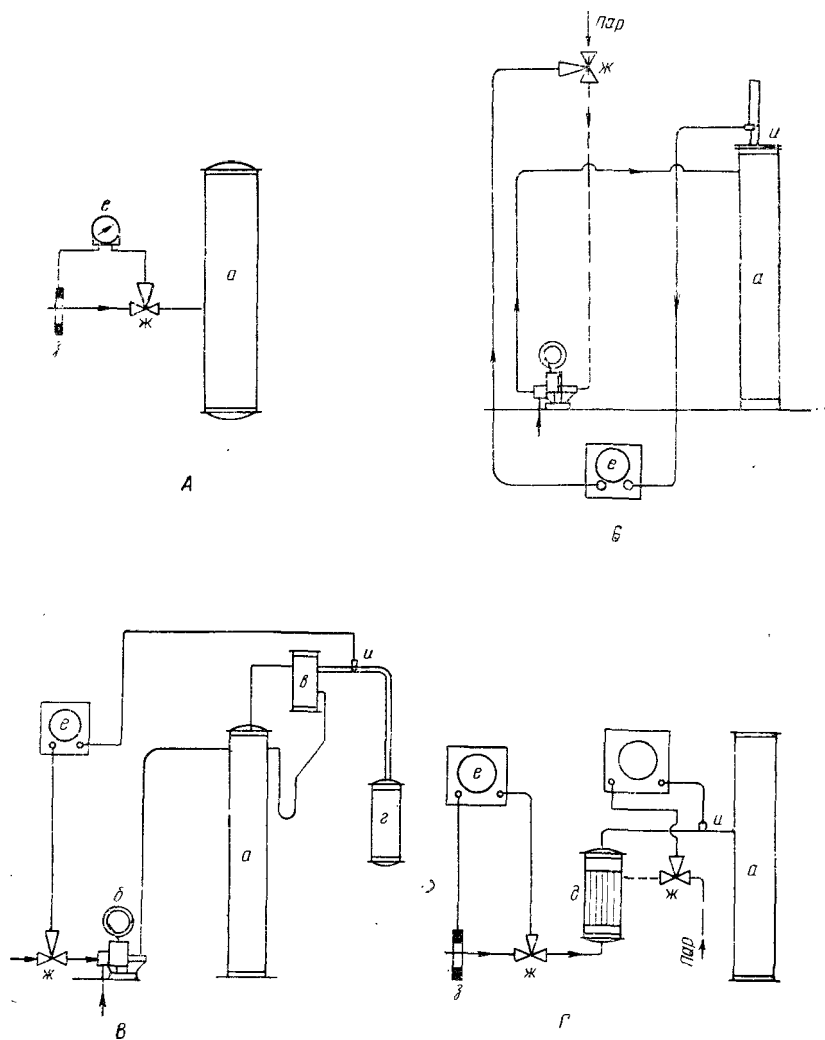


Рис. XV-2. Схемы регулирования подачи питания:

а — колонна, *б* — насос, *в* — дефлегматор, *г* — холодильник, *д* — подогреватель, *е* — регулятор, *ж* — регулирующий вентиль, *з* — диафрагма, *и* — термоматрон.

На рис. XV—2, *В* изображена схема регулировки подачи питания паровым насосом, когда датчик установлен на трубе, ведущей из дефлегматора в холодильник. Термоматрон регулятора может быть установлен и на одной из тарелок колонны.

На рис. XV—2, Г приведена схема, в которой питание регулируется не только по количеству, но и по температуре.

Подогревается питание в теплообменнике. Греющий пар в теплообменник подается при помощи терморегулятора.

Термопатрон регулятора устанавливается на трубопроводе, идущем из теплообменника к колонне.

Регулирование подачи пара

Для стабильной работы аппарата очень важно сохранение постоянства давлений в паропроводе, снабжающем аппарат греющим и энергетическим паром.

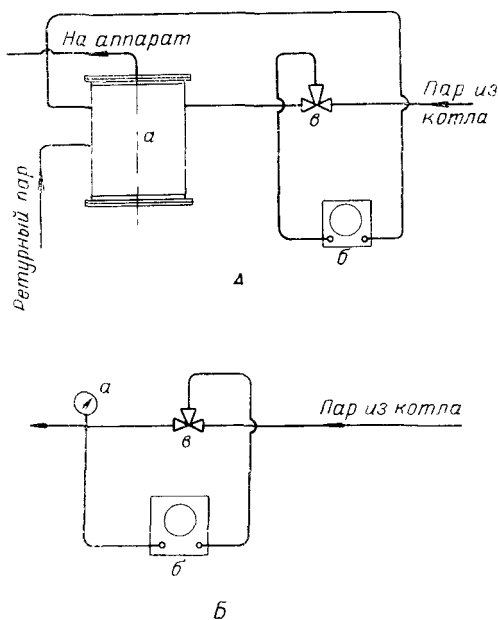


Рис. XV-3. Схемы регулирования давления пара.

А: а — сборник рeturного пара, б — регулятор, в — регулирующий вентиль. Б: а — манометр, б — регулятор, в — регулирующий вентиль.

На рис. XV—3 даны схемы автоматического регулирования постоянства давления пара, поступающего в аппарат. Аналогичные устройства применяются также и для регулировки давления пара, поступающего на насос.

Количество пара, подаваемого в аппарат, неразрывно связано с потоком пара в колонне, а следовательно, и с давлением в отдельных ее точках. Поэтому датчиком для паровых регуляторов, как правило, служит давление в определенных точках

колонны или перепад давления в двух ее точках. На рис. XV—4 приведены соответствующие схемы. Рис. XV—4, А изображает схему регулирования подачи пара при наличии регулятора прямого действия манометрического типа. Этот регулятор поддерживает постоянное давление в кубовой части аппарата.

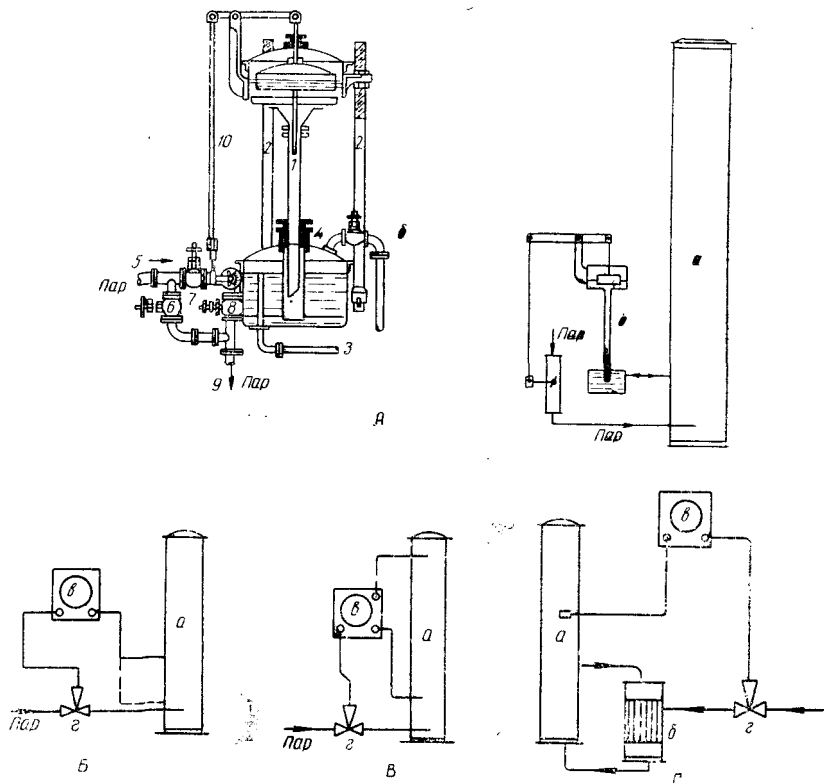


Рис. XV-4. Регулирование подачи пара:

А: а — колонна, б — регулятор прямого действия, 1 — соединительная труба, 2 — стойки, 3 — сливная трубка, 4 — труба, ведущая в колонну, 5 — паровая труба; 6 — обводной вентиль, 7, 8 — паровые вентили; 9 — паровая труба, подводящая пар в аппарат, 10 — рычаг, приводящий в движение регулирующий клапан; Б-Г: а — колонна, б — кипяtilьник, з — регулятор, з — регулирующий вентиль.

На рис. XV—4, Б представлена схема регулирования подачи пара при помощи диафрагмового вентиля, осуществленная на Московском ликеро-водочном заводе.

При использовании пневматических регуляторов непрямого действия схема для регулирования подачи пара строится следующим образом.

Датчиком служит дифманометр, измеряющий разницу давления между атмосферой и определенной точкой колонны.

В брагоперегонных аппаратах за такую точку принимают паровое пространство между питающей тарелкой и спиртовой колонной. Регулятор воздействует на диафрагмовый паровой вентиль, установленный на трубе, подводящей пар в аппарат. Имеются также схемы, в которых патрон датчика помещается в нижней части колонны, как это показано на схеме пунктиром.

В ряде случаев предпочитают измерять не давление, а перепад давлений в определенных точках колонны, устанавливая в качестве регулятора дифференциальный манометр, как это показано на рис. XV—4, В.

В этом случае участок колонны, на котором измеряется перепад давления, является своеобразной диафрагмой, измеряющей скорость пара в ней. Таким образом, эта система, как и ранее описанная, регулирует производительность колонны.

Наряду с давлением в качестве регулируемого параметра при регулировании подачи пара используется также температура на чувствительной тарелке.

На рис. XV—4, Г представлена схема регулирования по температуре для случая обогрева колонны глухим паром.

Регулирование спуска хвостового (нижнего) продукта

В спиртовой промышленности для этой цели широко применяется поплавковый регулятор прямого действия — бардоре-

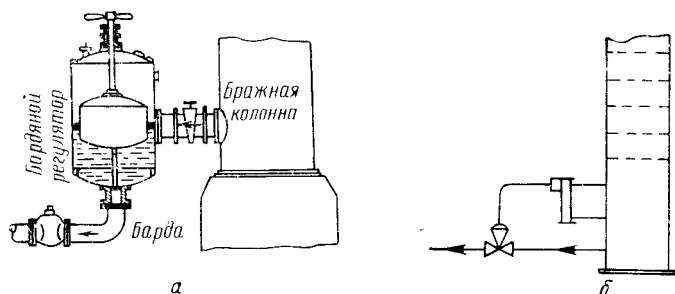


Рис. XV-5. Схема регулирования спуска хвостового продукта:
а — поплавковый бардореулятор прямого действия, б — регулятор непрямого действия.

гулятор (рис. XV—5, а). Для этой же цели в других отраслях промышленности применяют регулятор непрямого действия, как это показано на схеме (рис. XV—5, б).

Регулирование подачи охлаждающей жидкости на дефлегматор

Флегмовое число играет громадную роль в технике ректификации. Как это изложено в гл. II, оно в значительной мере

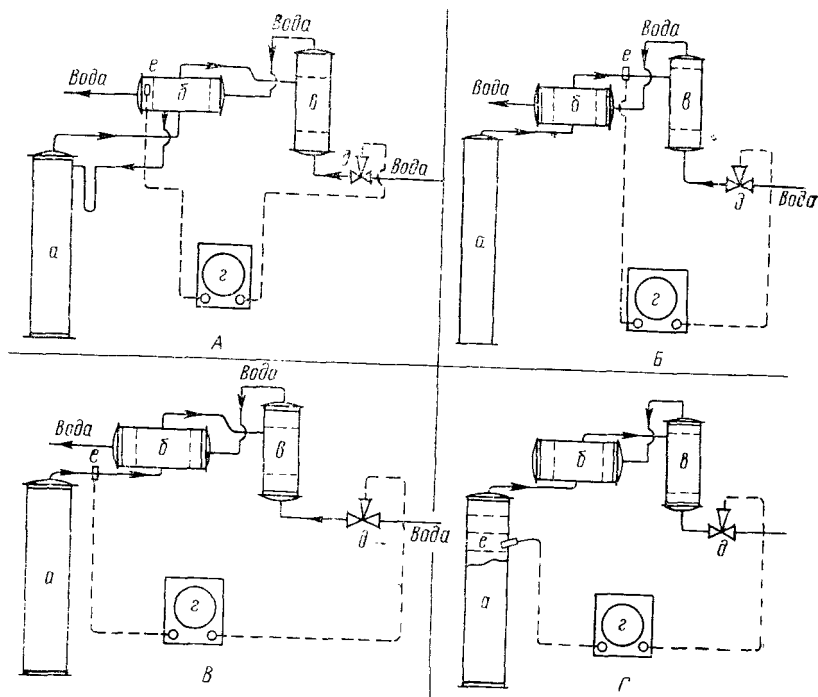


Рис. XV-6. Регулирование подачи охлаждающей воды на дефлегматор: а — колонна, б — дефлегматор, в — конденсатор, г — холодильник, д — регулирующий вентиль, е — термоматрон.

определяет эффективность работы аппарата. Так как дефлегматор охлаждается водой с более или менее определенной температурой, то естественно в качестве фактора, определяющего величину флегмового числа, принять количество тепла, отнимаемое от пара водой, которое будет определяться температурой уходящей воды и ее количеством [7].

В качестве регулируемого параметра, определяющего величину потока воды на дефлегматоре, выбирают:

1) температуру воды, уходящей из дефлегматора (рис. XV—6, А). Такой прием пригоден в тех случаях, когда темпе-

ратура поступающей воды постоянна, а коэффициент теплопередачи не меняется;

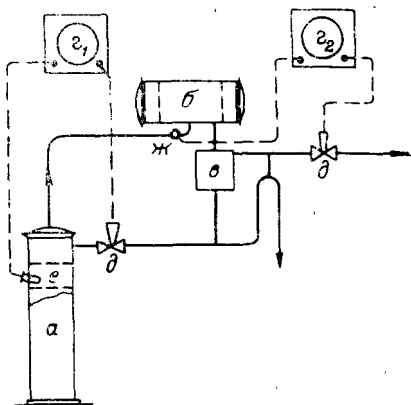
2) расход пара, идущего из дефлегматора на конденсатор (рис. XV—6, Б);

3) температуру паров, поступающих из колонны в дефлегматор (рис. XV—6, В);

4) температуру паров на чувствительной тарелке верхней части колонны (рис. XV—6, Г);

5) температуру паров на выходе из конденсатора;

6) давление паров в дефлегматоре. Этот принцип осуществляется при помощи регулятора прямого действия.



Регулирование количества флегмы

Наряду с регулированием флегмового числа при помощи изменения количества охлаждающей воды применяется также метод регулирования при помощи деления конденсата, образовавшегося в дефлегматоре. Этот способ широко применяется в нефтяной промышленности.

На рис. XV—7 приведена одна из схем регулирования этого вида.

Рис. XV-7. Схема регулирования количества флегмы:

а — колонна, *б* — дефлегматор, *в* — промежуточная емкость, *г* — регулятор подачи флегмы, *д* — регулятор давления, *е* — термоматрон, *ж* — баллон манометра.

Связанное регулирование

Описанные ранее методы регулирования принципиально отличаются от методов связанного регулирования. Связанным называют такое автоматическое регулирование, при котором на один регулирующий орган воздействуют импульсы, получаемые в зависимости от изменения нескольких регулируемых величин. При этом способе регулирования применяют взаимосвязанные регуляторы или же несколько приборов подключают к одному регулятору.

На рис. XV—8, А представлена схема связанного регулирования количества флегмы, применяемая в нефтяной промышленности.

На этой схеме изображено регулирование количества флегмы, перекачиваемой из сборника флегмы насосом. Регулирующая

щий прибор получает два пневматических импульса: один от прибора, изменяющего расход флегмы, другой — от прибора, контролирующего температуру на верхней или на контрольной тарелке колонны.

Регулятор воспринимает, таким образом, одновременно два

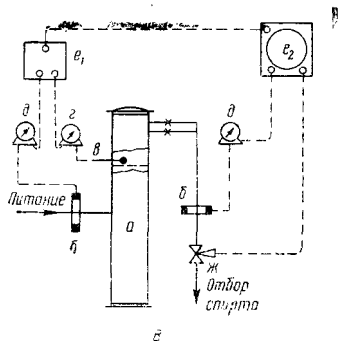
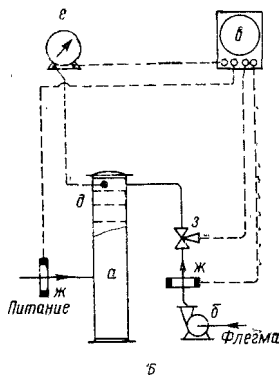
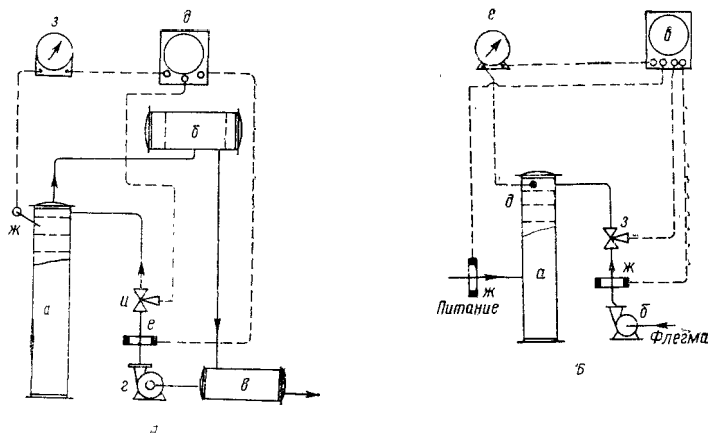


Рис. XV-8. Схемы связанного регулирования:

А — регулирование количества флегмы: а — колонна, б — дефлегматор, в — сборник флегмы, е — насос, д — регулирующий прибор, ж — расходомер, з — термометр, з — прибор, контролирующий температуру, и — регулирующий вентиль; Б — регулирование количества флегмы: а — колонна, б — насос, в — регулятор, д — термометр, е — прибор, контролирующий температуру, ж — расходомер, з — регулирующий вентиль; В — регулирование крепости ректификата: а — колонна, б — расходомер, в — термометр, г — прибор, контролирующий температуру, д — прибор, контролирующий расход, е₁ — суммирующий прибор, е₂ — регулирующий блок, ж — регулирующий вентиль.

импульса. Если количество флегмы обеспечивает необходимые температурные условия в верхней части колонны, то оба импульса взаимно уравновешиваются и положение регулирующего клапана не изменяется. При изменении одного из импульсов равновесие нарушается и регулятор изменяет положение регулирующего вентиля, восстанавливая нормальное состояние системы.

Более сложная система связанного регулирования изображена на рис. XV—8, Б. В этом случае регулятор воспринимает три импульса; от прибора, измеряющего температуру в верх-

ней части колонны, от прибора, контролирующего расход питания, и от прибора, контролирующего расход флегмы. Последние два прибора измеряют соотношение количества питания и количества флегмы.

На рис. XV—8, В представлена схема связанного регулирования для колонны укрепления. Здесь регулируется крепость спирта-ректификата с учетом температуры на контрольной тарелке и количества исходной смеси. При отсутствии в колонне возмущений регулятор поддерживает постоянный расход дистиллята и его постоянную крепость.

Многоимпульсные приборы связанного регулирования не получили пока широкого применения в спиртовой промышленности, так как они сложны в обслуживании и дороги.

§ 5. СХЕМА РЕГУЛИРОВАНИЯ ПО КАЧЕСТВЕННЫМ ПАРАМЕТРАМ ПРОЦЕССА

Описанные выше схемы регулирования относились к процессам регулирования по косвенным показателям (температуре, давлению, расходу).

При регулировании стремятся стабилизировать эти параметры, что связано со стабилизацией качества получаемых продуктов ректификации. Такое регулирование по косвенным параметрам, хотя и может обеспечить необходимое количество продукта, однако менее совершенно, чем регулирование величин, непосредственно характеризующих процесс. К таким величинам могут быть отнесены: давление пара продукта, коэффициент его теплопроводности, относительная плотность и другие.

Для того чтобы использовать эти параметры, необходимо иметь соответствующие датчики. Разумеется, было бы еще более целесообразно выбрать в качестве регулирующего параметра химический состав спирта-ректификата или же его вкус, однако датчики для этих параметров пока не разработаны.

Из имеющихся и описанных в литературе приборов для ректификации представляет интерес дифференциальный датчик давления. Он устроен так. На контрольной тарелке устанавливается баллон, заполненный эталонной жидкостью. Давление паров этой жидкости должно быть близко к давлению пара чистого дистиллята. В качестве эталонной жидкости может быть взят чистый дистиллят.

Разница между давлением паров на тарелке и в баллоне воспринимается мембраной. Перемещение мембраны преобразуется в пневматический импульс. Импульс подается к регулятору давления, управляющему регулирующим органом.

Такого рода приборы позволяют довольно точно регулировать состав продукта при перегонке бинарных смесей. Для многокомпонентных смесей точность прибора не может быть большой [8, 9].

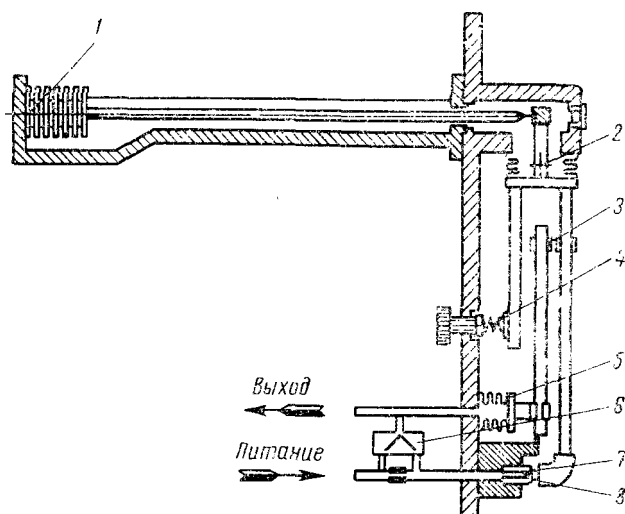


Рис. XV-9. Принципиальная схема индикатора состава:
 — чувствительный элемент, 2 — упругая опора, 3 — ползун для изменения пределов измерения, 4 — корректор настройки нуля, 5 — механизм обратной связи, 6 — вторичное реле, 7 — заслонка, 8 — сопло.

На рис. XV—9 представлена принципиальная схема прибора этого типа — индикатора состава ИС-3. Прибор работает следующим образом. При отклонении состава разделяемой смеси на тарелке от заданного чувствительный элемент 1 развивает усилие, нарушающее равновесие рычажной системы. При этом изменяется положение заслонки 7 относительно сопла 8, из которого непрерывно вытекает струя воздуха.

Положение заслонки определяет давление в линии сопла. Давление устанавливается на высоте, определяемой положением заслонки, которое зависит от разности давлений пара на тарелке и эталонной жидкости. Давление в линии сопла усиливается вторичным реле и передается исполнительному механизму, изменяющему положение регулирующего органа.

Принципиальная схема установки прибора показана на рис. XV—10. На этом рисунке изображена схема регулирования крепости спирта путем изменения его отбора. Регулирующий блок 2, изменяя положение мембранного вентиля d , удерживает крепость спирта на постоянном уровне.

Датчики, основанные на измерении теплопроводности, устроены по тому же принципу, что и электрические газоанализаторы. Здесь также применяется эталон — наполненная эталонным газом трубка. Такие датчики применяются при ректификации жидкого воздуха.

Для автоматизации процессов ректификации рекомендуют также датчики удельного веса (ДУВ). Они служат для непрерывного определения удельного веса протекающей жидкости. Этот прибор рекомендуется для контроля и регулирования крепости элюрата и дистиллята.

Датчики могут быть построены также на принципе определения рефракции и коэффициента преломления света продуктом. Могут быть использованы также инфракрасные и ультрафиолетовые спектрофотометры. Принцип действия этих приборов основан на пропускании пучка лучей через анализируемый пар и эталонный газ. Однако приборы этого типа пока в спиртовой промышленности не применяются.

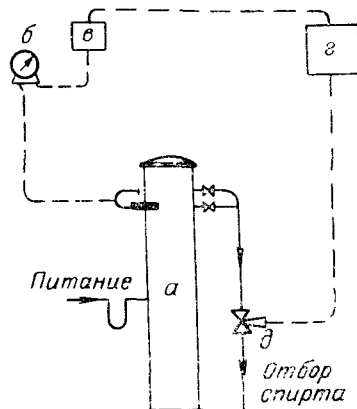


Рис. XV-10. Схема регулирования колонны по качественным параметрам:

а — колонна, б — прибор для измерения упругости пара, в — блок предварения, г — регулирующий блок, д — регулирующий вентиль.

§ 6. СХЕМА АВТОМАТИЗАЦИИ БРАГОПЕРЕГОННОГО АППАРАТА

Брагоперегонный аппарат, состоящий из колонны истощения и колонны укрепления, является наиболее простым аппаратом непрерывного действия. Поэтому он был первым аппаратом, для которого была создана схема автоматического управления.

Рассмотрим схему автоматизации управления одноколонным брагоперегонным аппаратом, разработанную ВНИИСПом (рис. XV—11).

Основные параметры, регулируемые согласно этой схеме, — это крепость спирта, поступающего на фонарь, и интенсивность перегонки. Показателем крепости спирта выбрана температура паров, поступающих из дефлегматора в холодильник. Эта температура при постоянном давлении в точке замера является показателем, хотя и не очень чувствительным, крепости спирта. Так, при изменении крепости на 1% мас. температура изменяется на 0,25 град (см. табл. I—10).

Термобаллон регулятора, наполненный фреоном-1, устанавливается по оси трубы, ведущей от дефлегматора к холодильнику. Эта труба в месте установки баллона должна быть хо-

рошо изолирована от потерь тепла. Регулятор управляет мембранным клапаном, который установлен на паровом трубопроводе, подводящем острый пар к питающему бражному насосу. Исполнительный механизм приводится в действие пневматиче-

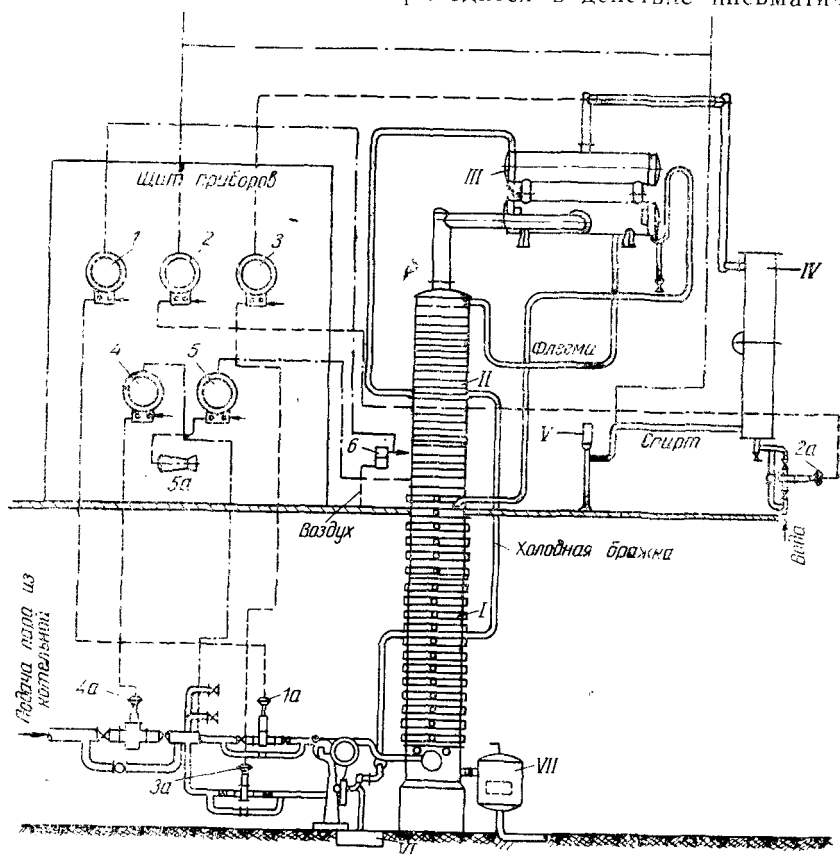


Рис. XV-11. Схема автоматизации управления брагоперегонным аппаратом:

I — бражная колонна, II — спиртовая колонна, III — дефлегматор, IV — холодильник, V — фонарь, VI — приемник, VII — бардорегулятор; 1 — регулятор давления в колонне, 2 — регулятор температуры спирта, 3 — регулятор температуры в дефлегматоре (крепость спирта), 4 — регулятор давления пара в магистрали, 5 — аварийный сигнализатор уровня (переполнение бражной колонны), 1а, 2а, 3а, 4а — мембранные клапаны, 5а — воздушная сирена, 6 — продувной стакан.

ски. При уменьшении крепости спирта температура паров повышается, терморегулятор срабатывает и мембранный клапан увеличивает подачу пара на насос. Насос подает бражку в большем количестве.

Бражка поступает на дефлегматор в увеличенном количестве, что вызывает повышение флегмового числа, а следовательно и укрепление паров спирта.

Показателем интенсивности работы аппарата выбрано давление паров, которое измеряется в паровом пространстве между верхней тарелкой бражной колонны и нижней тарелкой спиртовой.

Выбор этого показателя определяется тем, что при увеличении производительности колонны в единицу времени (интенсивности) увеличиваются паровой и жидкостные потоки в колонне, что связано с повышением давления в ней.

В качестве датчика используется поплавковый дифференциальный манометр. Плюсовая полость измерительного прибора соединяется с паровым пространством колонны в указанном выше месте, а минусовая — с атмосферой. Поэтому прибор при постоянстве атмосферного давления показывает превышение внутреннего давления над атмосферным. Исполнительным механизмом является мембранный клапан, он устанавливается на паровом трубопроводе, по которому поступает в колонну греющий пар.

При понижении производительности колонны происходит уменьшение давления пара, что отражается на положении поплавка дифманометра. Импульс передается на мембрану клапана, которая увеличивает открытие парового клапана. При увеличении производительности происходит обратное.

Для того чтобы предотвратить попадание брызг жидкости в трубку, соединяющую дифманометр с колонной, применяется метод продувания воздуха через гидравлический затвор, описываемый в курсах автоматического регулирования.

Кроме двух описанных основных регуляторов, брагоперегонный аппарат снабжается регулятором давления пара, поступающего из котельной. Регулятор давления при этом настраивается на минимальное давление, допустимое при нормальной работе установки. Стабильность давления греющего пара обеспечивает стабильность работы описанных выше регуляторов.

Четвертым прибором, устанавливаемым для автоматизации процесса, является регулятор температуры спирта, поступающего из холодильника в фонарь. Датчик его — термобаллон — устанавливается на спиртопроводе между фонарем и холодильником. Исполнительный механизм — мембранный клапан, управляемый пневматически — устанавливается на линии подачи охлаждающей воды.

Кроме этих четырех приборов, на аппарате устанавливается сигнализатор-выключатель, срабатывающий при переполнении бражной части колонны бражкой. Для этой цели служит пневматический регулятор уровня, автоматически прерывающий поступление бражки в аппарат.

Автоматизация управления брагоперегонным аппаратом дает значительный технико-экономический эффект, так как устраняет

колебания в производительности аппарата и стабилизирует крепость сусца. Это ведет к уменьшению потерь спирта в барде и равномерному расходу пара. Вместе с тем значительно облегчается труд аппаратчика. Опыты, проведенные ЦНИИСПом, показывают также, что при автоматизации процесса перегонки несколько уменьшается расход пара за счет стабилизации режима работы аппарата в оптимальных условиях перегонки.

§ 7. СХЕМА АВТОМАТИЗАЦИИ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННОГО АППАРАТА

В 1961—1963 гг. институтом Пищепромавтоматика проведены исследования динамики брагоректификационных аппаратов непосредственно на производстве. В эти же годы на некоторых заводах были опробованы системы автоматизации, разработанные институтом.

На основе этих исследований предложена система автоматического регулирования для брагоректификационных аппаратов, которой будут укомплектовываться все новые аппараты производительностью более 1500 дал в сутки [10, 11, 12, 13]. Учитывая требования взрывобезопасности, все схемы автоматического регулирования выполняются пневматического типа.

Ниже приводятся принципиальные типовые схемы автоматического регулирования, разработанные для отдельных колонн брагоректификационного аппарата и для трехколонного брагоректификационного аппарата.

На рис. XV—12 изображена схема автоматизации бражной колонны. В этой колонне стабилизация основных параметров работы колонны осуществляется при помощи трех регуляторов: регулятора расхода пара Р-1, регулятора расхода бражки Р-2 и регулятора расхода воды на конденсатор Р-3.

Таким образом, работа бражной колонны регулируется при помощи трех отдельных контуров, связанных через технологический процесс. Для примера рассмотрим случай, когда требуется увеличить производительность колонны. В этом случае увеличивают задание по давлению в контуре регулятора подачи пара Р-1. Это вызовет повышение расхода пара и давления в колонне и повышение температуры, что воспринимается как возмущение регулятором подачи бражки Р-2. Для подавления этого возмущения регулятор Р-2 увеличит расход бражки, что увеличит производительность колонны и всего аппарата в целом.

Так как датчик регулятора Р-2 установлен в паровом пространстве верхней тарелки, то он регистрирует температуру паров, а следовательно и концентрацию уходящих из колонны паров. Задание в этом контуре остается постоянным, а следовательно, концентрация паров, уходящих из колонны, стабильна.

Контур Р-3 стабилизирует режим дефлегматора. Датчик этого контура устанавливается на трубопроводе отходящей воды и регистрирует ее температуру.

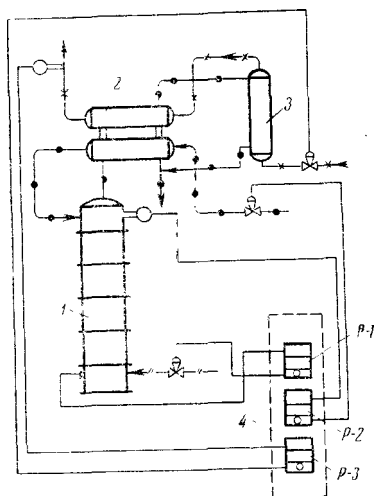


Рис. XV-12. Схема автоматизации бражной колонны:

1 — бражная колонна, 2 — дефлегматор, 3 — конденсатор, 4 — панель шита управления, — — — пар, — — X — охлаждающая вода, — — о — продукт, P-1 — регулятор расхода пара, P-2 — регулятор расхода бражки, P-3 — регулятор расхода воды.

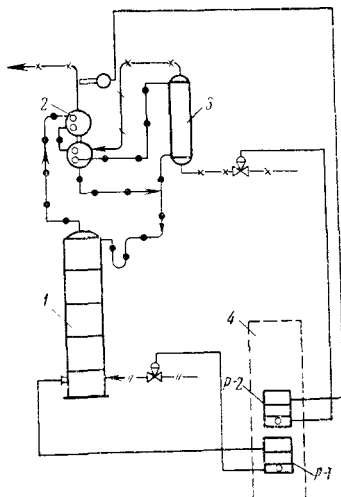


Рис. XV-13. Схема автоматизации эворационной колонны:

1 — эворационная колонна, 2 — дефлегматор, 3 — конденсатор, 4 — панель шита автоматики, — — — пар, — — X — охлаждающая вода, — — о — продукт, P-1 — регулятор подачи пара, P-2 — регулятор подачи воды на дефлегматор.

На рис. XV—13 представлена принципиальная схема регулирования эворационной колонны. В этой схеме имеется два контура. Контур регулятора Р-1 управляет подачей пара. Датчик этого контура установлен в кубовой части эворационной колонны и измеряет давление пара в ней.

Контур регулятора Р-2 регулирует подачу воды на дефлегматор. Датчик этого контура (термометр) установлен на трубопроводе охлаждающей воды после дефлегматора.

Принципиальная схема регулирования работы ректификационной колонны представлена на рис. XV—14. В этой схеме имеется три регулирующих контура. Контур регулятора Р-1 регулирует давление в нижней части колонны, контур регулятора Р-2 регулирует тепловой режим дефлегматора.

Регуляторы Р-3 и Р-4 входят в контур отбора спирта ректификации. Принципиальная схема этого контура подробнее показана на рис. XV—15. Задание на регулятор Р-3 подается по

производной от температуры на контрольной тарелке с помощью блока предварения и регулятора Р-4.

Таким образом, в этом контуре датчиком является термометр на контрольной тарелке. Применение блока предварения способствует устранению запаздывания.

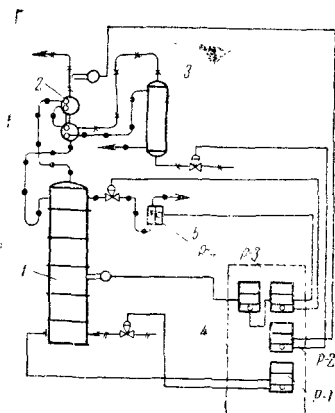


Рис. XV-14. Схема автоматизации ректификационной колонны:

1 — ректификационная колонна, 2 — дефлегматор, 3 — конденсатор, 4 — панель шита автоматизации, 5 — ротаметр, — — — пар, — — X — — вода, — о — — — продукт. P-1 — регулятор давления, P-2 — регулятор теплового режима дефлегматора, P-3, P-4 — регуляторы отбора спирта.

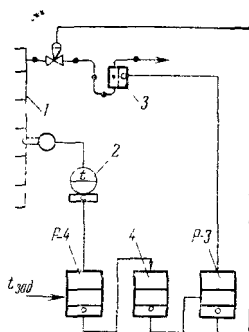


Рис. XV-15. Каскадная схема отбора спирта-ректификата:

1 — ректификационная колонна, 2 — датчик температуры с пневмовыходом, 3 — ротаметр с пневмовыходом, 4 — блок предварения, $t_{зад}$ — задание по температуре.

Кроме указанных контуров, по проекту автоматизации брагоректификационного аппарата предусматривается измерение и регистрация температуры в наиболее ответственных точках, а также сигнализация аварийных уровней параметров в ряде точек (рис. XV—16).

Проведенные в институте Пищепромавтоматика исследования показали, что автоматизация брагоректификационного аппарата сокращает потери спирта на 0,01%, уменьшает расход пара и воды на 3—5% и повышает производительность аппарата на 2—3%. Следует также учитывать и улучшение условий труда аппаратчиков.

Работы по автоматизации брагоректификационных аппаратов проводились и непосредственно на предприятиях. Следует отметить интересную работу, проведенную группой работников Дублянского спиртового завода [14]. На этом заводе осуществлена полуавтоматизация работы трехколонного аппарата косвенного действия. Схема предусматривает автоматизацию подачи бражки на питающую тарелку, воды, отходящей на де-

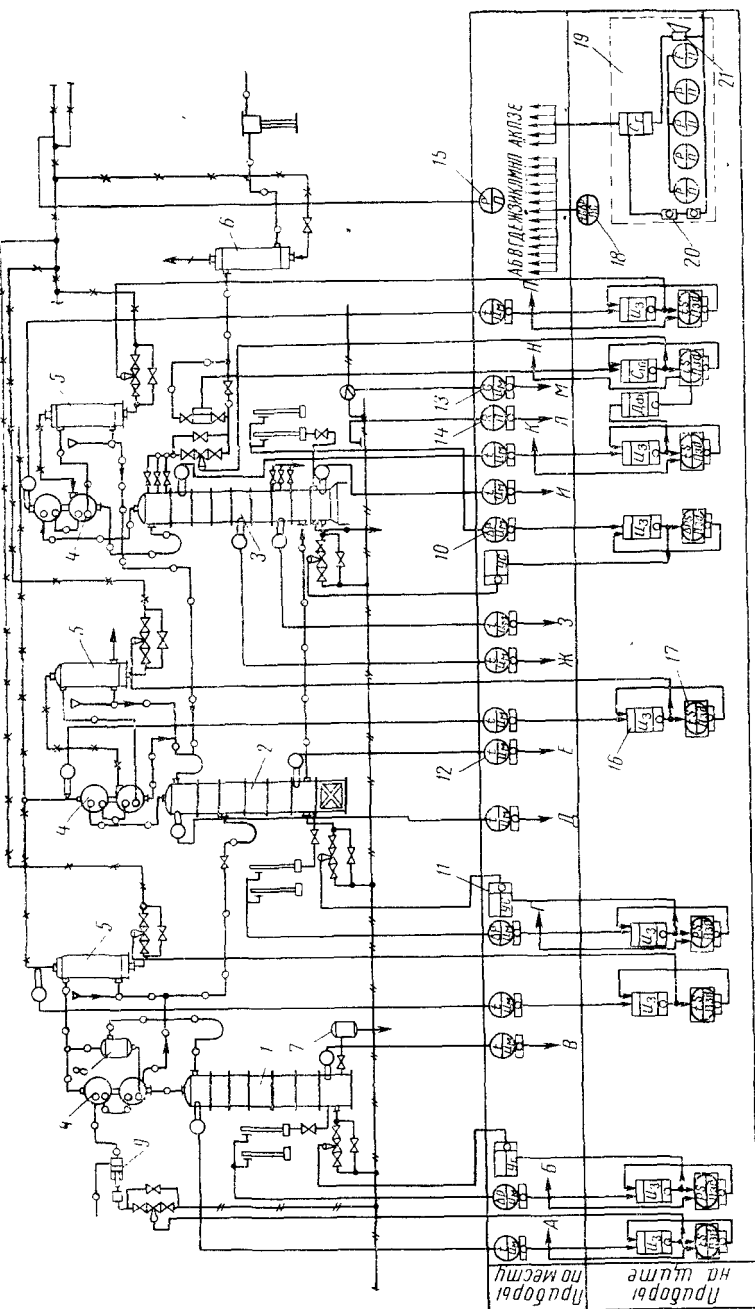


Рис. XV-16. Принципиальная схема автоматизации трехколонного ректификационного аппарата:

1, 2, 3 — соответственно бражная, эспирационная и ректификационная колонны, 4 — дефлегматоры, 5 — конденсаторы, 6 — холодильники, 7 — бардорегулятор, 8 — сепаратор, 9 — бражная и ректификационная колонны (ДМПК-100А), 10 — датчик давления (ДМПК-100), 11 — реле позиционное (ПР-10-100), 12 — датчик температуры (ДТП-1), 13 — расходомер пара, 14 — манометр с пневмовыходом (ММПД), 15 — манометр, 16 — регулятор пропорционально-интегральный (ПИД), 17 — прибор вторичный показывающий с задатчиком (ЗМП-30В), 18 — прибор регистрирующий 15-точечный (ПВ-4), 19 — схема аварийной сигнализации, 20 — кнопка пневматическая, 21 — схема пневматическая.

флегматоры всех колонн, и пара, подачи элюрата на питающую тарелку элюрационной колонны. В схеме применены приборы пневматического типа и приборы с непосредственной связью. Многие из них изготовлены непосредственно на заводе.

Рассматривая описание схем автоматизации, следует отметить их общий недостаток: они не связывают процесс регулирования с качеством спирта-ректификата и с потерями спирта в барде и лютере.

В настоящее время делаются попытки построить приборы для определения качества спирта (индикаторы качества) и для автоматического контроля потерь.

Однако имеющиеся, хотя пока и несовершенные, схемы обеспечивают постоянный режим работы аппарата, облегчают его обслуживание и уменьшают потери спирта [9, 15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Аранович В. В. Приборы и регуляторы спиртовой промышленности. Пищепромиздат, 1956
2. Алисимов И. В. Автоматическое регулирование процесса ректификации. Гостехиздат, 1961.
3. Стрейц В., Балда М., Крамперк М. Применение автоматического регулирования в промышленности. Гостехиздат, 1960.
4. Герасимов С. Г., Дудников Е. Г., Чистяков С. Ф. Автоматическое регулирование котельных установок. Под ред. проф. С. Г. Герасимова. Госэнергоиздат, 1950.
5. Майзель М. М. Основы автоматики и телемеханики. Гизлегпром, 1956.
6. Скобло Д. И., Глыбин И. П., Перетяцько Е. Н. Автоматизация производственных процессов пищевой промышленности. Гостехиздат Украины, 1957.
7. Андерс В. Р. и Пантаев Н. Ф. Автоматическое регулирование процессов переработки нефти. Гостехиздат, 1951.
8. Vogelstötter G. und Hengst K. Chem. Eng. technik, 1959, № 7.
9. Кринецкий И. И. Основы автоматического регулирования химических процессов. Гостехиздат Украины, 1958.
10. Скобло Д. И., Кулиш П. А. Автоматические регуляторы в пищевой промышленности. Гостехиздат Украины, 1963.
11. Мендельштейн М. Л., Медзекровский В. Б. Система автоматического регулирования брагоректификационного аппарата. ЦИНТИпищепром, 1965.
12. Мендельштейн М. Л. Исследование динамических характеристик брагоректификационных аппаратов. ЦИНТИпищепром, 1964.
13. Мендельштейн М. Л., Соколов В. А., Шлафер И. М., Стржалковская М. В., Вайнштейн В. И. «Ферментная и спиртовая промышленность» 1966, № 6.
14. Чельшев И. И. «Спиртовая промышленность», 1963, № 3.
15. Струмилин С. Г. Экономические проблемы автоматизации производства. Госполитиздат, 1957.

СОДЕРЖАНИЕ

Принятые обозначения	4
От автора	5
Введение	7
§ 1. Роль этилового спирта в народном хозяйстве и масштабы его производства	7
§ 2. Источники получения этилового спирта	8
§ 3. Задачи ректификации спирта, получаемого из пищевого сырья, в современных условиях	8
§ 4. Требования стандарта	9
§ 5. Современные требования к ректификационным аппаратам	12
Литература	12
Глава I	
Физико-химические основы перегонки спирта	
§ 1. Основные химические свойства этилового спирта	13
§ 2. Физико-химические свойства этилового спирта	15
§ 3. Физико-химические константы водных растворов этилового спирта	19
§ 4. Фазовое равновесие в системе этанол—вода	23
§ 5. Азеотропы этилового спирта	33
§ 6. Экспериментальные методы исследования равновесия	35
§ 7. Нахождение равновесных концентраций спирта расчетным путем	46
§ 8. Влияние нелетучих веществ бражки на равновесие в системе этанол—вода	50
§ 9. Теплофизические характеристики водно-спиртовых растворов	51
§ 10. Строение водно-спиртовых смесей	59
Литература	61
Глава II	
Теория перегонки бинарных смесей	
§ 1. Сущность процесса ректификации	63
§ 2. Графический расчет аппаратов по методу Кэба и Тиле	67
§ 3. Построение рабочих линий при температуре питания, лежащей ниже точки кипения жидкости	75
§ 4. Минимум флегмы	77
§ 5. Аналитическое определение числа тарелок колонны истощения	80
§ 6. Расчет ректификационных аппаратов при помощи энтальпийной диаграммы	82
Литература	86
Глава III	
Конструкция контактных устройств брагоперегонных и ректификационных аппаратов	
§ 1. Назначение контактных устройств (к. у.) и их классификация	87
§ 2. Барботажные контактные устройства	89
§ 3. Инжекционные контактные устройства	98
§ 4. Пленочные контактные устройства	102
§ 5. Контактные устройства аппаратов с внешним подводом механической энергии	105
§ 6. Выбор типа контактных устройств	109
Литература	112

Глава IV

Разделительная способность контактных устройств и гидродинамические режимы их работы	113
§ 1. Разделительная способность (эффективность) ректификационных аппаратов	113
§ 2. Эффективность перегонных и ректификационных аппаратов спиртовой промышленности	124
§ 3. Гидродинамика тарельчатых контактных устройств	128
§ 4. Гидродинамика насадочных колонн	138
§ 5. Гидродинамика трубчатых аппаратов	142
§ 6. Современные взгляды на процесс массопередачи	143
Литература	147

Глава V

Моделирование ректификационных аппаратов и их оптимизация	152
§ 1. Физическое моделирование тарельчатых аппаратов с колпачковыми тарелками	152
§ 2. Физическое моделирование ситчатых колонн	156
§ 3. Моделирование насадочных колонн	157
§ 4. Моделирование сложных аппаратурных схем ректификации	158
§ 5. Задачи оптимизации	159
§ 6. Оптимизация работы бражной колонны брагоректификационного аппарата	161
Литература	165

Глава VI

Брагоперегонные аппараты	166
§ 1. Типы брагоперегонных аппаратов	166
§ 2. Расчет брагоперегонных аппаратов	172
§ 3. Нормы производительности брагоперегонных аппаратов	194
§ 4. Расход пара и воды на брагоперегонные аппараты	195
§ 5. Об экономичной скорости пара в брагоперегонных аппаратах	197
§ 6. Обогрев колонн	200
Литература	203

Глава VII

Дефлегматоры, их теория и расчет	205
§ 1. Процесс дефлегмации	205
§ 2. Принципы конструирования дефлегматоров	209
§ 3. «Дикая» флегма и изоляция колонн	216
§ 4. Расчет дефлегматоров	217
§ 5. Моделирование дефлегматоров	218
Литература	220

Глава VIII

Теоретические основы ректификации спирта	221
§ 1. Примеси спирта	221
§ 2. Влияние примесей на качество продукта	230
§ 3. Теория ректификации Сореля и Барбэ	233
§ 4. Современные исследования равновесия в тройных системах спиртового производства	242
Литература	250

Глава IX

Вспомогательные средства очистки спирта	252
§ 1. Химическая очистка спирта-сырца	252

§ 2. Обработка спирта активированным углем	255
§ 3. Обработка спирта ионообменными смолами	257
§ 4. Термическая обработка спирта	260
Литература	264

Глава X

Ректификационные аппараты периодического действия	265
--	------------

§ 1. Общие сведения	266
§ 2. Аппарат для периодической ректификации	270
§ 3. Методы ректификации на периодически действующем аппарате	271
§ 4. Особенности переработки мелассного и свекловичного спирта-сырца на периодически действующих аппаратах	278
§ 5. Тепловой расчет кубового аппарата	282
§ 6. Нормы производительности кубовых ректификационных аппаратов	289
Литература	290

Глава XI

Ректификационные аппараты непрерывного действия	291
--	------------

§ 1. Двухколонный аппарат	291
§ 2. Другие типы ректификационных аппаратов непрерывного действия	294
§ 3. Усовершенствование ректификационного аппарата	296
§ 4. Материальный и тепловой балансы ректификационного аппарата непрерывного действия	299
§ 5. Определение основных размеров ректификационного аппарата непрерывного действия	307
§ 6. Расход пара и воды на ректификационные аппараты непрерывного действия	308
Литература	310

Глава XII

Брагоректификационные аппараты	311
---	------------

§ 1. Классификация брагоректификационных аппаратов	311
§ 2. Брагоректификационные аппараты прямого действия	313
§ 3. Брагоректификационные аппараты полупрямого действия	321
§ 4. Материальный и тепловой балансы аппарата полупрямого действия	323
§ 5. Брагоректификационные аппараты косвенного (непрямого) действия	327
§ 6. Материальный и тепловой балансы брагоректификационного аппарата косвенного действия	332
§ 7. Процесс эспирации и работа эспирационной колонны	335
§ 8. Расход пара на эспирацию. Процесс вываривания примесей	343
§ 9. Особенности эспирации мелассного спирта и предложения по повышению эффективности эспирации	347
§ 10. Химические процессы в колоннах и возврат эфира-альдегидной фракции	353
§ 11. Об образовании азеотропов на тарелках колонн	355
§ 12. Работа ректификационной колонны	356
§ 13. Отбор сивушного масла в брагоректификационных аппаратах непрерывного действия	361
§ 14. Работа сивушной колонны	375
§ 15. Колонна окончательной очистки	377
§ 16. Сепарация бражки	381
§ 17. Расход пара на брагоректификационные аппараты	382
§ 18. Расход воды на брагоректификационные аппараты	384
§ 19. Некоторые данные о расходных характеристиках брагоректификационных аппаратов	385
	455

Гл	§ 20. Переход к новому стандарту и мероприятия, обеспечивающие	387
Раз	Литература	390
р	Глава XIII	
	Получение абсолютного этилового спирта	392
	§ 1. Классификация методов абсолютирования этилового спирта	393
	§ 2. Азеотропный метод обезвоживания этилового спирта	393
	§ 3. Комбинированный аппарат для получения абсолютного спирта	396
	§ 4. Получение абсолютного спирта непосредственно из бражки	398
	§ 5. Расход пара, воды и бензола при производстве абсолютного спирта азеотропным методом	401
Ли	§ 6. Абсолютирование спирта растворами солей (солевое обезвоживание)	402
Гл	Литература	406
Мо	Глава XIV	
	Аппараты с использованием вторичного пара	407
	§ 1. Расход тепла на перегонку и ректификацию в спиртовой промышленности	407
	§ 2. Принцип многократного использования тепла в применении к выпарным аппаратам	407
	§ 3. Ректификационные аппараты с многократным использованием тепла	408
Ли	§ 4. Комбинированные аппараты	409
Гл	§ 5. Многоколонные ректификационные аппараты с различным давлением в отдельных колоннах	412
Бр	§ 6. О перегонке бражки под вакуумом с сохранением жизнедеятельных дрожжей	422
	§ 7. Влияние вакуума на отбор головных и хвостовых примесей	423
	§ 8. Аппараты с термокомпрессией	425
	Литература	430
	Глава XV	
	Автоматизация контроля и управления аппаратами	431
Л	§ 1. Задачи автоматизации	431
Гл	§ 2. Схема потоков в ректификационных аппаратах и основные источники возмущения	432
Д	§ 3. Регулируемые параметры ректификационного процесса	434
	§ 4. Принципиальные схемы автоматизации изолированных колонн	435
	§ 5. Схема регулирования по качественным параметрам процесса	443
	§ 6. Схема автоматизации брагоперегонного аппарата	445
	§ 7. Схема автоматизации брагоректификационного аппарата	448
	Литература	452

Всеволод Николаевич Стабииков

ПЕРЕГОНКА И РЕКТИФИКАЦИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

Редактор **А. И. Ковалевская**

Художник **В. Красильников**

Худож. ред. **Г. И. Комзолова**

Техн. ред. **А. М. Сатарова**

Корректор **В. Б. Грачёва**

Т-19345 Сдано в набор 26/11 1969 г. Подписано в печать 9/X 1969 г.

Формат 60×90^{1/16} Объем 28,5 п. л.+2 вкл. 6/обор. 0,75=29,25 п. л.

Уч.-изд. л. 30,76 Изд. № 4727 Заказ 122 Тираж 5000 экз. Цена 1 р. 64 к.

Бумага № 2 Тем. план 1969 г. п/№ 34

Издательство «Пищевая промышленность»

Москва, Б-120, Мрузовский пер., д. 1.

Московская типография № 6 Главполиграфпрома
Комитета по печати при Совете Министров СССР
Москва, Ж-88, 1-й Южно-портовый пр., 17.

252

