

Профессор Г.В. Агафонов

(Воронеж. гос. ун-т инж. технол.) кафедра технологии бродильных и сахаристых производств. тел. (473) 255-37-32

профессор В.М. Перельгин

тел. +7(499)740 80 83

E-mail: v.m.perelygin@mail.ru

аспирант А.В. Торшин,

(Воронеж. гос. ун-т инж. технол.) кафедра технологии бродильных и сахаристых производств. тел. (473) 255-37-32

E-mail: avtor-89@mail.ru

**Professor G.V. Agafonov**

(Voronezh state university of engineering technologies)

Department of Technology of fermentation and sugar industries, phone (473) 255-37-32

E-mail: avtor-89@mail.ru

**Professor V.M. Perelygin**

тел. +7(499)740 80 83

E-mail: v.m.perelygin@mail.ru

**Post-graduate student A.V. Torshin,**

(Voronezh state university of engineering technologies)

Department of Technology of fermentation and sugar industries. phone (473) 255-37-32

E-mail: avtor-89@mail.ru

## **Разгонная колонна для выделения этилового спирта из фракций промежуточных и головных примесей**

### **Accelerating column for separation of ethanol from fractions of intermediate and head impurities**

*Реферат.* В настоящее время для очистки этилового спирта от головных и промежуточных примесей производится отбор фракций сивушного спирта и сивушного масла из ректификационной колонны и фракции головных и промежуточных примесей из конденсатора эпюрационной колонны, работающей по методу гидроселекции. При этом указанные фракции содержат не менее 13 % этилового спирта, что приводит к снижению выхода конечного продукта. Разгонка данных фракций в известных разгонных колоннах требует увеличения расхода греющего пара на 6-8 кг/дал и повышения металлоёмкости установки. В настоящей работе исследован процесс разгонки фракций из конденсатора эпюрационной колонны, сивушного спирта из ректификационной колонны и подсивушного слоя жидкости из декантера, которые подают на тарелку питания новой разгонной колонны (РзК), которая работает по технологии эпюрации с подачей гидроселекционной воды на верхнюю тарелку и имеет в своём составе концентрационную, выварную и отгонную части, дефлегматор, конденсатор, кипятильник. Были получены уравнения материального баланса колонны и по ним определены концентрации этилового спирта на её тарелках. Преобразовав уравнения материального баланса, получили зависимости для определения соотношения количества примеси, отводимой из разгонной колонны с потоками лютера и фракции этилового спирта. Далее были получены уравнения для определения доли примеси, отбираемой с фракцией из конденсатора колонны. Проведенные расчеты показали, что изученные примеси практически полностью отбираются с данной фракцией. При этом содержание в ней этилового спирта составляет 0,14 % от часовой выработки.

*Summary.* Nowadays purification of ethanol from the head and intermediate impurities is done with the selection of fractions of fusel alcohol and fusel oil from the distillation column and head and intermediate fractions impurities from condenser Epuration column operating according to the hydro-selection method. Due to this the fraction contains at least 13% ethyl alcohol, resulting in a reduced yield of the final product. Distillation of these fractions in the known acceleration columns requires increased consumption of heating steam for 6-8 kg / dal and increasing installation metal content. In this paper we investigate the process of distillation fraction from the condenser of Epuration column, fusel alcohol from the distillation column and subfusel liquid layer from the decanter, which is fed on a plate of supply of new accelerating column (AC), which operates on Epuration technology with the supply of hydro-selection water on the top plate and has in its composition concentration, boiling and stripping parts, a dephlegmator, a condenser, a boiler. Material balance equations of the column were obtained and ethyl alcohol concentration on its plates were determined by them. Having converted the material balance equations, we determined the dependences for the impurities ratio being drawn from the accelerating column with the Luther flows and ethyl alcohol fraction. Then we received the equation for determining the proportion of impurities taken from the column condenser with fraction. These calculations proved that the studied impurities are almost completely selected with this fraction, ethyl alcohol content of it being 0.14% of the hourly output.

*Ключевые слова:* разгонная колонна, этиловый спирт.

*Keywords:* accelerating column, ethyl alcohol.

Для очистки спирта от сопутствующих промежуточных и головных примесей производится обычно отбор фракций сивушного спирта и сивушного масла из ректификационной колонны и фракции головных и промежуточных примесей из конденсатора эпюрационной колонны, работающей по методу гидроселекции [1, 2]. Однако указанные фракции содержат не менее 13 % этилового спирта, что приводит к существенному снижению выхода конечного продукта брагоректификации.

Использование для разгонки этих фракций известных из литературы [3] разгонных колонн требует увеличения расхода греющего пара на 6-8 кг/дал и повышения металлоёмкости брагоректификационной установки.

В настоящей работе исследован процесс разгонки фракции из конденсатора эпюрационной колонны, сивушного спирта из ректификационной колонны и подсивушного слоя жидкости из декантератора, которые подают на тарелку питания новой разгонной колонны (РзК), которая работает по технологии эпюрации с подачей гидроселекционной воды на верхнюю тарелку и имеет в своём составе концентрационную, выварную и отгонную части, дефлегматор, конденсатор, кипятильник. Пусть  $m$ ,  $n$ ,  $w$  – числа теоретических тарелок в концентрационной, выварной и отгонной частях этой колонны,  $g$ ,  $l$ ,  $L_c$ ,  $F_D$ ,  $L_m$ ,  $L_n$ ,  $L_w$ ,  $L_0$ ,  $\Phi$  – молевые потоки соответственно пара, гидроселекционной воды, питания, фракции из конденсатора, жидкости в концентрационной части, жидкости в выварной части, жидкости в отгонной части, лютера из куба, фракции очищенного от примесей спирта с нижней тарелки выварной части разгонной колонны, входящей в состав БРУ производительностью 3000 дал/сутки безводного этилового спирта. Тогда:

$$L_m = g - F_D + l; \quad (1)$$

$$L_n = g - F_D + l + L_c; \quad (2)$$

$$L_w = g - F_D + l + L_c - \Phi; \quad (3)$$

$$L_0 = L_w - g \quad (4)$$

Запишем теперь уравнения материального баланса спирта или примеси для дефлегматора РзК, считая эффект его концентрирующего действия равным одной теоретической ступени равновесной конденсации пара:

$$g \cdot y_{w+n+m} = (g - F_D) \cdot x_D + F_D \cdot y_D, \quad (5)$$

где  $y_D$  и  $x_D$  – молевые доли спирта или примеси в паре, поступающем из дефлегматора в конденсатор, и флегме, возвращаемой из дефлегматора на верхнюю тарелку РзК.

С использованием соотношения (5) получены уравнения материального баланса этилового спирта или примеси для теоретических тарелок РзК, считая их снизу вверх и помечая куб и дефлегматор соответственно индексами «0» и «D»:

$$x_1 = \frac{g}{L_w} \cdot y_0 + \frac{L_0}{L_w} \cdot x_0$$

$$x_1 = \frac{g}{L_w} \cdot y_1 + \frac{L_0}{L_w} \cdot x_0$$

.....

$$x_w = \frac{g}{L_w} \cdot y_{w-1} + \frac{L_0}{L_w} \cdot x_0$$

$$x_{w+1} = \frac{g}{L_w} \cdot y_w + \frac{L_0}{L_w} \cdot x_0$$

$$x_{w+2} = \frac{g}{L_n} \cdot y_{w+1} + \frac{\Phi}{L_n} \cdot x_{w+1} + \frac{L_0}{L_n} \cdot x_0$$

$$x_{w+3} = \frac{g}{L_n} \cdot y_{w+2} + \frac{\Phi}{L_n} \cdot x_{w+1} + \frac{L_0}{L_n} \cdot x_0$$

.....

$$x_{w+n-1} = \frac{g}{L_n} \cdot y_{w+n-2} + \frac{\Phi}{L_n} \cdot x_{w+1} + \frac{L_0}{L_n} \cdot x_0$$

$$x_{w+n} = \frac{g}{L_n} \cdot y_{w+n-1} + \frac{\Phi}{L_n} \cdot x_{w+1} + \frac{L_0}{L_n} \cdot x_0$$

$$x_{w+n+1} = \frac{g}{L_m} \cdot y_{w+n} - \frac{F_D \cdot y_D}{L_m}$$

.....

$$x_{w+n+m} = \frac{g}{L_m} \cdot y_{w+n+m-1} - \frac{F_D \cdot y_D}{L_m},$$

где  $x_i$  и  $y_i$  – молевые доли этилового спирта или примеси в жидкости и паре на  $i$ -й теоретической тарелке разгонной колонны.

Воспользуемся уравнениями (6) для расчёта распределения концентраций этилового спирта по тарелкам разгонной колонны при следующих условиях её работы:  $w=10$ ,  $n=10$ ,  $m=8$ ,  $g=22,5494$  кмоль/ч (3,25 кг/дал),  $l=189,4150$  кмоль/ч, поток сивушного спирта  $F_{cc}=2,0836$  кмоль/ч при  $x_{cc}=0,5139$ , поток фракции из конденсатора эпюрационной колонны  $F_0=2,5079$  кмоль/ч при  $x_0=0,53785$ , поток подсивушного слоя из декантератора  $F_{дек.}=0,6425$  кмоль/ч при концентрации этилового спирта в нём  $x_{дек.}=0,0741$  молевых долей,

$F_D=0,0571$  кмоль/ч, отбор фракции этилового спирта 11-й тарелки РзК  $\Phi=75,6708$  кмоль/ч с концентрацией этилового спирта  $x_{11}=0,0322$ , поток питания колонны  $L_c=5,2340$  кмоль/ч с содержанием этилового спирта  $x_c=0,4714$ . Тогда  $L_m=211,3853$  кмоль/ч,  $L_n=216,6193$  кмоль/ч,  $L_w=140,9485$  кмоль/ч,  $L_0=118,3991$  кмоль/ч. Расчёты концентраций этилового спирта на тарелках разгонной колонны проводились общепринятым способом «от тарелки к тарелке» на основе данных В.Н. Стабникова и О.Г. Муравской [4] по фазовому равновесию жидкость – пар в системе этиловый спирт – вода. Полученные результаты приведены в таблице 1, из которой следует, что при подаче в РзК питания с содержанием безводного спирта в количестве  $L_c \cdot x_c = 5,2340 \cdot 0,4714 = 2,4673$  кмоль/ч из дефлегматора этой колонны отбирается флегма с концентрацией этилового спирта  $x_D=0,1650$  молевых долей, а в её конденсаторе осуществляется конденсация 0,0571 кмоль/ч несконденсированного в дефлегматоре пара с концентрацией этилового спирта  $y_D=0,5105$ . При этом  $F_D \cdot y_D = 0,0571 \cdot 0,5105 = 0,02915$  кмоль/ч безводного этилового спирта, что составляет 0,14 % от часовой выработки конечного продукта в БРУ-3000.

Таблица 1

Распределение концентраций этилового спирта по тарелкам РзК при  $w=10$ ,  $n=10$ ,  $m=8$ ,  $g=22,5494$  кмоль/ч,  $l=189,4150$  кмоль/ч,  $F_D=0,0571$  кмоль/ч,  $L_c=5,2340$  кмоль/ч при  $x_c=0,4714$ ,  $\Phi=75,6708$  кмоль/ч при  $x_{11}=0,0322$

№, № теоретических тарелок	Этиловый спирт в жидкости, мол. доли
D	0,1650
28	0,0172
27	0,0177
26	0,0182
25	0,0191
24	0,0205
23	0,0225
22	0,0254
21	0,0310
20	0,0429
19	0,0429
18	0,0429
17	0,0429
16	0,0429
15	0,0427
14	0,0422
13	0,0411
12	0,0382
11	0,0322
10	0,0197
9	0,0144
8	0,0080

Продолжение табл. 1

7	0,0045
6	0,0023
5	0,0011
4	0,000251
3	0,000245
2	0,000113
1	0,000049
0	0,000013

Уравнение материального баланса примеси для РзК имеет вид:

$$L_c \cdot x_c = F_D \cdot y_D + \Phi \cdot x_{w+1} + L_0 \cdot x_0 \quad (7)$$

Установим соотношение между количествами примеси, отводимой из РзК с потоками лютера и фракции этилового спирта с  $(w+1)$ -й тарелки:

$$\delta = \frac{L_0 \cdot x_0}{\Phi \cdot x_{w+1}} \quad (8)$$

Для этого преобразуем уравнения материального баланса примеси для тарелок отгонной части системы (6) следующим образом:

$$\frac{x_{w+1}}{x_0} = \frac{\gamma^{w+1} \cdot [L_0 + L_w \cdot (\gamma - 1)] - L_0}{L_w \cdot (\gamma - 1)}, \quad (9)$$

$$\text{где } \gamma = \frac{g \cdot K_w}{L_w}; \quad (10)$$

$K_w$  – средняя величина коэффициента испарения примеси для тарелок отгонной части РзК.

Из соотношений (8) – (10) следует:

$$\delta = \frac{L_0 \cdot L_w \cdot (\gamma - 1)}{\Phi \cdot \{ \gamma^{w+1} \cdot [L_0 + L_w \cdot (\gamma - 1)] - L_0 \}} \quad (11)$$

Значения  $\delta$ , рассчитанные по уравнению (11), для изоамилового, изобутилового, н. пропилового, изопропилового спиртов, кротонового, н. масляного альдегидов и этилацетата с использованием данных [5] об их коэффициентах испарения приведены в таблице 2, из которой видно, что величины  $L_0 \cdot x_0$  для исследованных примесей намного меньше  $\Phi \cdot x_{w+1}$ , что позволяет пренебречь последним слагаемым в правой части уравнения (7) и переписать его следующим образом:

$$L_c \cdot x_c = F_D \cdot y_D + \Phi \cdot x_{w+1} \quad (12)$$

Преобразуем теперь уравнение (5) к виду:

$$\sigma_D = \frac{y_D}{x_{w+n+m}} = \frac{K_D \cdot K_{w+n+m} \cdot (V+1)}{K_D + V}, \quad (13)$$

$$\text{где } V = \frac{g - F_D}{F_D} \text{ – флегмовое число РзК; (14)}$$

$K_D$ ,  $K_{w+n+m}$  – коэффициенты испарения примеси для дефлегматора и верхней тарелки РзК.

Распределение промежуточных и головных примесей этилового спирта между лютером, фракцией этилового спирта с ( $w+1$ )-й тарелки и фракцией из конденсатора РзК при  $w=10$ ,  $n=10$ ,  $m=8$ ,  $g=22,5494$  кмоль/ч,  $l=189,4150$  кмоль/ч,  $F_D=0,0571$  кмоль/ч,  $\Phi=75,6708$  кмоль/ч.

Примеси этилового спирта	$\delta = \frac{L_0 \cdot x_0}{\Phi \cdot x_{11}}$	$\sigma_{w+n} = \frac{x_{20}}{x_{11}}$	$\sigma_{w+n+m} = \frac{x_{28}}{x_{20}}$	$\sigma_D = \frac{y_D}{x_{28}}$	$\alpha_D = \frac{F_D \cdot y_D}{F_D \cdot y_D + \Phi \cdot x_{n+1}} \cdot 100\%$
Изоамиловый спирт	$0,18 \cdot 10^{-7}$	222,6260	35,5261	35,7177	99,83
Изобутиловый спирт	$0,13 \cdot 10^{-5}$	20,9048	13,9308	48,9537	91,48
Изопропиловый спирт	$0,1 \cdot 10^{-4}$	37,0156	52,6187	75,0533	99,10
Н. пропиловый спирт	$0,89 \cdot 10^{-5}$	20,9048	13,9308	48,9573	91,48
Кротоновый альдегид	$0,94 \cdot 10^{-6}$	452,9158	219,6045	100,4822	99,99
Этилацетат	$0,77 \cdot 10^{-7}$	6745,7193	26,0798	396,2551	100,00
Н. масляный альдегид	$0,18 \cdot 10^{-5}$	452,9158	18,1084	190,5436	99,92

Из уравнений системы (6) для выварной и концентрационной частей РзК получаем:

$$\sigma_n = \frac{x_{w+n}}{x_{w+1}} = \frac{\alpha^{n-1} \cdot [L_n \cdot (\alpha - 1) + \Phi] - \Phi}{L_n \cdot (\alpha - 1)}, \quad (15)$$

$$\text{где } \alpha = \frac{g \cdot K_n}{L_n};$$

$K_n$  – средний коэффициент испарения примеси для тарелок выварной части РзК;

$$\sigma_m = \frac{x_{w+n+m}}{x_{w+n}} = \frac{\beta_{w+n} \cdot \beta_{w+n+1} \cdot \dots \cdot \beta_{w+n+m-1}}{1 + \frac{F_D \cdot \sigma_D}{L_m} \cdot (1 + \beta_{w+n+m-1} + \beta_{w+n+m-1} \cdot \beta_{w+n+m-2} + \dots + \beta_{w+n+m-1} \cdot \beta_{w+n+m-2} \cdot \dots \cdot \beta_{w+n+1})}, \quad (16)$$

$$\beta_i = \frac{g \cdot K_i}{L_m}; \quad \text{где } K_i \text{ – коэффициент испарения примеси на } i\text{-й тарелке.}$$

Численные значения  $\sigma_D$ ,  $\sigma_n$ ,  $\sigma_m$ , рассчитанные по уравнениям (13) – (16) для указанных выше примесей, представлены в таблице 2.

Заметим, что:

$$\sigma_D \cdot \sigma_n \cdot \sigma_m = \frac{y_D}{x_{w+1}}. \quad (17)$$

С учётом соотношения (17) уравнение (12) преобразуется к виду:

$$\alpha = \frac{F_D \cdot y_D}{F_D \cdot y_D + \Phi \cdot x_{w+1}} = \frac{F_D \cdot \sigma_D \cdot \sigma_n \cdot \sigma_m}{F_D \cdot \sigma_D \cdot \sigma_n \cdot \sigma_m + \Phi}, \quad (18)$$

где  $\alpha_D$  – доля примеси, отбираемой с фракцией  $F_D$  из конденсатора РзК.

Значения  $\alpha_D \cdot 100\%$  приведены в таблице 2, из которой следует, что изученные примеси практически полностью отбираются с фракцией  $F_D=0,0571$  кмоль/ч из конденсатора РзК. При этом содержание этилового спирта в этой фракции составляет 0,14% от часовой выработки спирта в БРУ-3000. Полученные результаты дают основание рекомендовать к внедрению в промышленность изученную разгонную колонну.

**ЛИТЕРАТУРА**

1 Цыганков П.С. Ректификационные установки спиртовой промышленности. М: Лёгкая и пищевая промышленность, 1984. С. 356.

2 Перелыгин В.М., Никитина С.Ю., Порохова Н.А. О гидроселекции в эпюрационных колоннах // Известия вузов. Пищевая технология. 2003. №4. С. 74-78.

3 Пат. РФ №2166346, RU, B01D3/14. Способ получения ректифицированного спирта / Перелыгин В.М., Порохова Н.А. №99125833/13; Заявл. 15.12.1999; Опубл. 10.05.2001, Бюлл. №13.

4 Цыганков П.С., Цыганков С.П. Руководство по ректификации спирта. М: Пищепромиздат, 2002. С. 380,381.

5 Перелыгин В.М. Физико-химические основы расчёта и проектирования брагоректификационных аппаратов в спиртовой промышленности: автореф. дис. докт. техн. наук: Спец.05.175. Краснодар: КПИ, 1971. 40 с.

**REFERENCES**

1 Tsygankov P.S., Rektifikacionnye ustanovki spirtovoi promyshlennosti [Rectification installation alcohol industry]. Moscow, Legkaya i pishchevaya promyshlennost', 1984. 356 p. (In Russ).

2 Perelygin V.M., Nikitina S.Yu., Porokhova N.A. About hydroselection in epuration column. *Izvestiya vuzov. Pishchevaya tekhnologiya* [Proceedings of the universities. Food technology], 2003, no. 4, pp.74-78. (In Russ).

3 Perelygin V.M. Porokhova N.A. Sposob polucheniya rektifikovannogo spirta [A method for producing rectified spirit]. Patent RF, no. 2166346, 2001. (In Russ.).

4 Tsygankov P.S., Tsygankov S.P. Rukovodstvo po rektifikatsii spirta [Guidelines for rectification of alcohol]. Moscow, Pishchepromizdat, 2002. pp. 380, 381. (In Russ).

5 Perelygin V.M. Fiziko-khimicheskie osnovy rascheta i proektirovaniya bragorektifikatsionnykh apparatov v spirtovoi promyshlennosti. Avtoref. diss. dokt. tekhn. nauk [Physical and chemical bases of calculation and design brago-rectification devices in industrial alcohol, laziness. Abstr. dr. techn. sci. diss.]. Krasnodar, 1971. 40 p. (In Russ).