

УДК 663.5

Инженер С.Ю. Никитина

(Воронеж. гос. ун-т. инж. технол.) центр коллективного пользования.

тел. +7(473)255-37-16,

E-mail: sunik@mail.ru

Engineer S.Yu Nikitina

(Voronezh state university of engineering technologies) Center for collective use.

phone +7 (473) 255-37-16,

E-mail: sunik@mail.ru

К вопросу об эффективности извлечения примесей при эпюрации этанола

The efficiency of impurities extraction during the process of ethanol epuration

Реферат. В статье предложена статическая модель эпюрационной колонны, эксплуатируемой по методу глубокой гидроселекции, учитывающая изменение концентрации ключевых компонентов по высоте колонного аппарата и укрепляющее действие дефлегматора. Цель настоящей работы - определение оптимального положения питательной тарелки колонны и оценка эффективности вываривания и концентрирования примесных соединений в процессе эпюрации. С этой целью автором была разработана статическая модель эпюрационной колонны, которая позволяет выявить зависимость степени вываривания и степени концентрирования основных примесей в колонне от числа тарелок в каждой из этих частей. Доказано, что с увеличением числа теоретических тарелок в концентрационной части эпюрационной колоны эффект концентрирования примесей, имеющих головной характер, стремится к предельной величине; эффекты вываривания головных примесей неограниченно возрастают с увеличением истощающей части. На долю примесей, выделенных с фракцией из конденсатора, сильнее влияет эффект их вываривания, чем концентрирования. Эффект очистки спирта от компонентов сивушного масла существенно зависит от соотношения между числами тарелок в выварной n и концентрационной m частях колонного аппарата (оптимальное соотношение n/m для изопропанола, изоамилола и бутанола равно 1,5, в то время как для пропанола и изобутанола - 0,45).

Summary. The static model of the hydroselction column that describes the concentration variation of the main components was proposed. The purpose of this work is an optimization of the shared mixture input-position and evaluation of efficiency of the digestion and the impurity compound concentration during the epuration process. To this end, the author developed a static model of epuration columns, which allows to reveal the dependence of the degree of digestion and the degree of concentration of the main impurities in the column of the number of plates in each of these parts. It's proved that with the increasing of theoretical plates number in the concentration part of the column the concentration effect tends to the limit value. The effects of the head impurities digestion increase indefinitely with the growth of exhausting part. The proportion of the output from the condenser impurities depends more from the digestion effect than from the condensation effect. The effect of alcohol cleaning from the fusel oil components depends strongly from the ratio of the number of plates in the digestion and concentration parts (the optimal ratio for isopropanol, isoamyl, butanol is 1.5, for the propanol, isobutanol is 0.45).

Ключевые слова: эпюрационная колонна, этанол, примеси, пропанол, изопропанол, бутанол, изобутанол, изоамилол.

Keywords: hydroselction column, ethanol, impurities, isoamylalcohol, isobutyl alcohol, n-butyl alcohol, isopropyl alcohol, n-propyl alcohol.

Типовые брагоректификационные установки косвенного действия обычно содержат полную эпюрационную колонну, имеющую 29 многоколпачковых тарелок в выварной части и 20 - в концентрационной. Однако в связи со значительным изменением условий работы этих колон (применение глубокой гидроселекции,

повышенный расход греющего пара и т.д.) этот выбор нельзя считать окончательным [1]. В настоящем исследовании предпринята попытка найти оптимальное положение питательной тарелки эпюрационной колонны, работающей с использованием глубокой гидроселекции.

Пусть эспирационная колонна имеет n и m теоретических тарелок соответственно в выварной и концентрационной частях, питается бражным дистиллятом с концентрацией этилового спирта x_c молевых долей и обогревается паром через кипятильник, на верхнюю тарелку колонны подается L_g киломолей гидроселекционной воды, из куба отводится L_0 киломолей эспирата, а из конденсатора отбирается F_D киломолей фракции, содержащей смесь головных и промежуточных примесей (рис.1).

Примем КПД тарелок равным 0,5. Будем обозначать через G и L_c молевые потоки пара и питания, через L_m, L_n – молевые потоки жидкости соответственно в концентрационной и выварной частях колонны, через x_0, x_i, x_D – молевые доли этилового спирта или примеси в эспирате, жидкой фазе i -й тарелки, флегме, а через y_0, y_i, y_D – молевые доли этилового спирта или примеси в паре над кубовой жидкостью, над i -й тарелкой и паре, выходящем из дефлегматора.

Все материальные потоки в колонне будем выражать в киломолях из расчета на 1 киломоль этилового спирта, поступающего в колонну с питанием, при этом допустим, что молевой поток пара G постоянен для всей колонны. Тогда $v = (G - F_D) / F_D$ – флегмовое число колонны, $L_c = 1/x_c$; $L_n = G - F_D + L_c + L_g$, $L_m = G - F_D + L_g$, $L_0 = L_c - F_D + L_g$, $F_D = D/y_D$ – жидкостные молевые потоки (D – количество этанола, отбираемого из конденсатора эспирационной колонны).

Аналогично:

$$x_2 = x_0 \frac{GK_0\alpha_1 + L_0(1 + \alpha_1)}{L_n}$$

$$x_3 = x_0 \frac{GK_0\alpha_1\alpha_2 + L_0(1 + \alpha_2 + \alpha_1\alpha_2)}{L_n}$$

...

$$x_n = x_0 \frac{GK_0\alpha_1\alpha_2\ldots\alpha_{n-1} + L_0(1 + \alpha_{n-1} + \alpha_{n-1}\alpha_{n-2} + \ldots + \alpha_{n-1}\alpha_{n-2}\ldots\alpha_1)}{L_n},$$

$$\text{где } \alpha_i = \frac{G}{L_n} K_i, K_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (4)$$

С учетом (4) преобразуем последнее уравнение системы (3):

$$y_n = x_0 \frac{K_0 L_n \alpha_1 \alpha_2 \ldots \alpha_n + L_0 K_n (1 + \alpha_{n-1} + \alpha_{n-1} \alpha_{n-2} + \ldots + \alpha_{n-1} \alpha_{n-2} \ldots \alpha_1)}{L_n}, \quad (5)$$

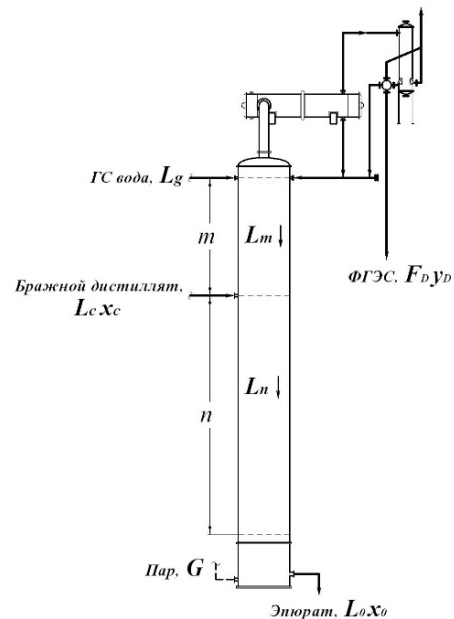


Рисунок 1. Схема материальных потоков в эспирационной колонне

Составим теперь уравнение материального баланса для куба колонны, в который примесь поступает с жидкой фазой первой тарелки, а отводится с эспиратом и паром на первую тарелку. Тогда:

$$L_n x_1 = G y_0 + L_0 x_0 \quad (1)$$

Уравнение (1) преобразуем к виду:

$$x_1 = x_0 \frac{GK_0\alpha_1 + L_0(1 + \alpha_1)}{L_n}, \quad (2)$$

где $K_0 = \frac{y_0}{x_0}$ – коэффициент испарения спирта и примеси в эспирате.

Поскольку концентрация этилового спирта на тарелках выварной части практически постоянна [1], допустим, что:

$$\alpha_1 = \alpha_2 = \dots = \alpha_n = \alpha. \quad (6)$$

Из соотношений (5) и (6) получаем:

$$\sigma_n = \frac{y_n}{x_0} = \frac{K_0 L_n \alpha^n + K_n L_0 (1 + \alpha + \alpha^2 + \dots + \alpha^{n-1})}{L_n} \quad (7)$$

Если $\alpha \neq 1$, уравнение (7) преобразуется к виду:

$$\sigma_n = \frac{y_n}{x_0} = \frac{\alpha^n [K_0 L_n (\alpha - 1) + L_0 K_n] - K_n L_0}{L_n (\alpha - 1)} \quad (8)$$

Если $\alpha=1$, уравнение (7) приобретает вид:

$$\sigma'_n = \frac{y_n}{x_0} = \frac{L_n K_0 + K_n L_0 n}{L_n} \quad (9)$$

Анализ уравнений (8) и (9) показывает, что при $\alpha \geq 1$ ($K_n \geq L_n / G$) и $n \rightarrow \infty$ степень вываривания примеси $\sigma_n \rightarrow \infty$ ($\lim \sigma_n = \sigma^\infty_n = \infty$).

В случае $\alpha < 1$ ($K_n < L_n / G$):

$$\sigma_n = \frac{K_n L_0}{L_n (\alpha - 1)} \quad (10)$$

Как следует из уравнения (10), увеличение числа тарелок в выварной части эспирационной колонны не может обеспечить полного вываривания примесей, имеющих хвостовой характер. Для анализа процесса концентрирования примеси в эспирационной колонне воспользуемся уравнением ее материального баланса для дефлегматора:

$$G y_{n+m} = (G - F_D) x_D + F_D y_D, \quad (11)$$

Примем, что эффект концентрирования примеси в дефлегматоре эквивалентен одной ступени равновесной конденсации пара. Сделанное допущение означает, что выходящий из дефлегматора пар находится в состоянии равновесия с флегмой.

В этом случае уравнение (11) преобразуется к виду:

$$\sigma_m = \frac{y_{n+m}}{y_n} = \frac{v + K_D}{(v + K_D) \beta_{n+m} \beta_{n+m-1} \dots \beta_{n+1} + K_D (1 + \beta_{n+1} + \beta_{n+1} \beta_{n+2} + \dots + \beta_{n+1} \beta_{n+2} \dots \beta_{n+m-1})}, \quad (19)$$

Если на $(n+m)$ -ю тарелку эспирационной колонны подается достаточно большое количество гидроселекционной воды, то концентрация этилового спирта практически постоянна

$$\sigma_D = \frac{y_D}{y_{n+m}} = \frac{K_D (v + 1)}{v + K_D}, \quad (12)$$

где $K_D = \frac{y_D}{x_D}$ - коэффициент испарения примеси для дефлегматора колонны.

Запишем теперь уравнение материального баланса примеси для $(n+m)$ -й тарелки:

$$G y_{n+m-1} + (G - F_D) x_D = G y_{n+m} + L_m x_{n+m}, \quad (13)$$

Из соотношений (11) и (13) следует:

$$G y_{n+m-1} = L_m x_{n+m} + F_D y_D. \quad (14)$$

Уравнение (14) с учетом (12) преобразуется к виду:

$$y_{n+m-1} = y_{n+m} \left(\beta_{n+m} + \frac{\sigma_D}{v + 1} \right), \quad (15)$$

$$\text{где } \beta_{n+m} = \frac{L_m}{G K_{n+m}}, \quad (16)$$

Аналогично для $(n+m-1)$ -й, $(n+m-2)$ -й, ..., $(n-1)$ -й тарелок будем иметь:

$$y_{n+m-2} = y_{n+m} \left[\beta_{n+m} \beta_{n+m-1} + \frac{\sigma_D}{v + 1} (1 + \beta_{n+m-1}) \right]$$

$$y_{n+m-3} = y_{n+m} \left[\beta_{n+m} \beta_{n+m-1} \beta_{n+m-2} + \frac{\sigma_D}{v + 1} (1 + \beta_{n+m-2} + \beta_{n+m-2} \beta_{n+m-1}) \right], \quad (17)$$

...

$$y_n = y_{n+m} \left[\beta_{n+m} \beta_{n+m-1} \dots \beta_{n+1} + \frac{\sigma_D}{v + 1} (1 + \beta_{n+1} + \beta_{n+1} \beta_{n+2} + \dots + \beta_{n+1} \beta_{n+2} \dots \beta_{n+m-1}) \right]$$

где $\beta_i = \frac{L_m}{G K_i}$. (18)

Из последнего уравнения системы (17) с учетом соотношения (12) получим:

для всех тарелок концентрационной части [1, 2]. В этом случае можно допустить, что:

$$\beta_{n+1} = \beta_{n+2} = \dots = \beta_{n+m} = \beta. \quad (20)$$

С учетом (20) уравнение (19) приобретает вид:

$$\sigma_m = \frac{y_{n+m}}{y_n} = \frac{v + K_D}{(v + K_D)\beta^m + K_D(1 + \beta + \beta^2 + \dots + \beta^{m-1})}, \quad (21)$$

Если $\beta \neq 1$, уравнение (21) преобразуется следующим образом:

$$\sigma_m = \frac{y_{n+m}}{y_n} = \frac{(1 - \beta)(v + K_D)}{K_D + \beta^m[(v + K_D)(1 - \beta) - K_D]}, \quad (22)$$

Если $\beta = 1$, уравнение (21) приобретает вид:

$$\sigma_m = \frac{y_{n+m}}{y_n} = \frac{v + K_D}{v + K_D(m + 1)}, \quad (23)$$

Из анализа уравнений (22) и (23) следует, что при $m \rightarrow \infty$ степень концентрирования примесей стремится к постоянным величинам:

$$\sigma_m^\infty = \lim \sigma_m = \frac{(1 - \beta)(v + K_D)}{K_D}, \quad (24)$$

$$\text{если } \beta < 1 \left(K_m > \frac{L_m}{G} \right);$$

$$\sigma_m^\infty = \lim \sigma_m = \frac{K_D + v}{v}; \quad (25)$$

$$\text{если } \beta = 1 \left(K_m = \frac{L_m}{G} \right);$$

$$\sigma_m^\infty = \lim \sigma_m = 0, \quad (26)$$

$$\text{если } \beta > 1 \left(K_m < \frac{L_m}{G} \right).$$

Заметим, что общая степень концентрирования примеси в укрепляющей части эспираторной колонны и ее дефлегматоре:

$$\sigma_{mD} = \frac{y_D}{y_n} = \sigma_m \sigma_D. \quad (27)$$

$$\sigma_{mD}^\infty = \lim \sigma_{mD} = (1 - \beta)(v + 1), \text{ если } \beta < 1 \quad (28)$$

$$\sigma_{mD}^\infty = \lim \sigma_{mD} = \frac{K_D(v + 1)}{v}; \text{ если } \beta = 1; \quad (29)$$

$$\sigma_{mD}^\infty = \lim \sigma_{mD} = 0, \text{ если } \beta > 1. \quad (30)$$

Результаты расчетов степени вываривания σ_n по уравнениям (8) - (10), (12), (19), (22), (27)-(30) и концентрирования σ_{mD} некоторых примесей в эспираторной колонне приведены в таблицах 1, 2, а степень извлечения примесей

с фракцией из конденсатора эспираторной ко-

$$\text{лонны} \quad \left[\chi_D = \frac{F_D y_D}{F_D y_D + L_0 x_0} = \frac{F_D \sigma_{mD} \sigma_n}{L_0 + F_D \sigma_{mD} \sigma_n} \right]$$

представлена на рисунке 2.

В расчетах использованы данные [1 - 5] о коэффициентах испарения примесей и распределении этилового спирта по тарелкам эспираторной колонны в зависимости от условий ее работы.

Анализ приведённых уравнений показал, что с увеличением числа теоретических тарелок m в концентрирующей части эспираторной колонны эффект σ_{mD} концентрирования примесей, имеющих головной характер, стремится к предельной величине σ_{mD}^∞ . При этом для достижения σ_{mD}^∞ большинства изученных примесей достаточно 15-20 теоретических тарелок.

Эффекты вываривания σ_n примесей, имеющих головной характер в истощающей части эспираторной колонны неограниченно возрастают с увеличением ее эффективности (числа теоретических тарелок n).

При этом на долю примесей χ_D , выделенных с фракцией из конденсатора эспираторной колонны, сильнее влияет эффект их вываривания, чем концентрирования.

Как следует из рисунка, эффект очистки спирта χ_D от компонентов сивушного масла существенно зависит от соотношения между числами тарелок в ее выварной и концентрирующей частях. Так, например, оптимальное соотношение n/m для изопропанола, изоамилола и бутанола равно 1,5, в то время как для пропанола и изобутанола 0,45.

Анализируя полученные данные, можно сделать следующие выводы.

1. Эффект вываривания примесей, имеющих головной характер, неограниченно возрастает с увеличением числа тарелок в истощающей части эспираторной колонны, в то время как эффект концентрирования примесей с ростом числа укрепляющих тарелок стремится к постоянной величине.

2. Вклад эффекта вываривания σ_n в степень извлечения примесей χ_D относительно больше степени концентрирования примеси σ_m .

Максимальный эффект выделения изопропанола, бутанола и изоамилола в эспираторной колонне, работающей с подачей гидроселекционной воды на ее верхнюю тарелку, достигается при $n/m=1,5$, а пропанола и изобутанола – при $n/m=0,45$.

Зависимость степени вываривания некоторых примесей от числа тарелок в истощающей части элюационной колонны, n

Примесь	$n=4$	$n=8$	$n=10$	$n=15$	$n=20$	$n=25$	$n=30$	$n=\infty$
Изоамилацетат	257.36	2201.46	$6.36 \cdot 10^4$	$8.96 \cdot 10^4$	$1.26 \cdot 10^6$	$1.78 \cdot 10^8$	$2.5 \cdot 10^8$	∞
Изопропанол	24.41	40.18	48.20	68.65	89.69	111.33	133.60	∞
Пропанол	11.97	12.95	13.97	14.42	14.57	14.61	14.63	14.64
Изобутанол	11.97	12.95	13.97	14.42	14.57	14.61	14.63	14.64
Бутанол	22.45	30.71	34.17	41.22	46.47	50.38	53.30	61.82
Изоамилол	25.33	35.54	40.11	50.15	58.51	65.45	71.23	99.75
Метанол	6.00	6.29	6.32	6.34	6.34	6.34	6.34	6.34

Зависимость степени концентрирования некоторых примесей от числа тарелок в укрепляющей части элюационной колонны, m

Примесь	$m=4$	$m=8$	$m=10$	$m=15$	$m=20$	$m=25$	$m=30$	$m=\infty$
Изоамилацетат	23.61	28.45	28.56	28.56	28.56	28.56	28.56	28.56
Изопропанол	6.30	11.29	12.78	14.14	14.36	14.40	14.40	14.40
Пропанол	2.51	4.10	4.94	6.65	7.61	8.02	8.18	8.29
Изобутанол	2.12	3.62	4.46	6.33	7.45	7.96	8.16	8.28
Бутанол	5.70	13.10	15.24	16.82	16.98	17.00	17.00	17.00
Изоамилол	3.91	10.88	13.68	16.17	16.48	16.50	16.51	16.51
Метанол	1.46	1.08	0.94	0.68	0.50	0.38	0.29	0

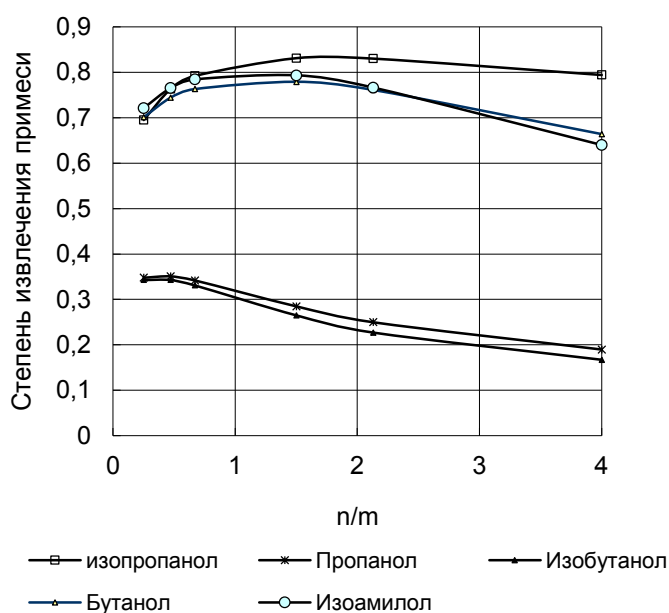


Рисунок 2. Зависимость степени извлечения примесей этанола из конденсатора элюационной колонны от соотношения числа теоретических тарелок в её выварной и концентрационной частях

ЛИТЕРАТУРА

1 Константинов Е.Н., Короткова Т.Г. Сравнение альтернативных вариантов очистки пищевого спирта от сивушных масел в элюационной и спиртовой колоннах // Известия вузов. Пищевая технология. 2011. №2-3. С. 55-59.

2 Короткова Т.Г., Константинов Е.Н. Моделирование технологии получения пищевого спирта на брагоректификационной установке // Известия вузов. Пищевая технология. 2012. № 1. С. 108 - 111.

3 Никитина С.Ю. Новая технология ректификации для получения этанола повышенного качества // Промышленно-академическое сотрудничество в фармацевтической, химической и пищевой отраслях: мат. I Междунар. конгресса, 17-18 сентября 2014 г. Монтелуко ди Ройо, Аквила – Италия. С. 97 – 99.

4 Никитина С.Ю. Схемотехника и методики расчётов брагоректификационных установок. Воронеж: ВГАСУ, 2013. 209 с.

5 Абрамова И.М. Научное обоснование методологии комплексного контроля спиртового и ликёроводочного производства с целью повышения качества и безопасности алкогольной продукции: дис. ... д-ра. тех. наук: 05.18.07: защищена 04.09.2014: утв. 25.12.2014. М.: Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности РАСХН, 2014. 244 с.

REFERENCES

1 Konstantinov E.N., Korotkova T.G. Comparison of cleaning from fusel oils types for edible alcohol in the alcohol and epuration columns. *Izvestiya vuzov. Pishchevaya tekhnologiya*. [Proceedings of the universities. Food technology], 2011, no. 2-3, pp. 55-59. (In Russ.).

2 Korotkova T.G., Konstantinov E.N. The model of edible alcohol production technology in the rectification Installation. *Izvestiya vuzov. Pishchevaya tekhnologiya*. [Proceedings of the universities. Food technology], 2011, no. 2-3, pp. 55-59. (In Russ.).

3 Nikitina S.Yu. The new rectification technology for the high quality ethanol production. *Promyshlenno-akademicheskoe sotrudnichestvo v farmatsevticheskoi khimicheskoi i pishchevoi otaslyakh: mat. I Mezhdunar. kongressa*, 17-18 sentyabrya 2014 g. Monteluko di Roio, Akvila – Italiya [Industrial and academic cooperation in the pharmaceutical, chemical and food industries: materialy I International Congress , 17-18 September 2014. Montelucio di Roio , L'Aquila – Italy] Aquila, 2014. pp. 97 - 99.

4 Nikitina S.Yu. *Skhemotekhnika i metodiki raschetov bragorektifikatsionnykh ustanovok* [Circuit Engineering and methods of rectification installation calculations]. Voronezh, VGASU, 2013. 209 p. (In Russ.).

5 Abramova I.M. Nauchnoe ovbosnovanie metodologii kompleksnogo kontrolya spirtovogo i likerovodochnogo proizvodstva s tsel'yu povysheniya kachestva i bezopasnosti alkogol'noi produktsii [Scientific substantiation of the alcohol and beverage production integrated control methodology to improve the quality and safety of alcoholic beverages. Diss. doc. tech. sci.]. Moscow, 2014. 244 p. (In Russ.).