

УДК 66.015.23

А.Н. Войнов, О.П. Жукова, В.А. Паньков, Н.А. Войнов**РЕКТИФИКАЦИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В КОЛОННАХ
СО СПИРАЛЬНО-ПРИЗМАТИЧЕСКОЙ НАСАДКОЙ**

Представлены экспериментальные данные по укреплению этилового спирта-сырца в колоннах со спирально-призматической насадкой, а также результаты исследования контактных ступеней с проведением термической неадиабатной ректификации.

Разделение, насадочная колонна, контактная ступень, эффективность.

Введение

В последние годы прослеживается тенденция создания периодически действующих ректификационных установок малой и средней мощности с достаточно высокой эффективностью [1–4]. За основу конструкции для получения этанола принимаются колонны со спирально-призматической насадкой [5], которые, как известно, обладают высокой эффективностью и позволяют на порядок снизить высоту установки по сравнению с промышленными аналогами. Промышленная технологическая схема ректификации этанола, включающая пять и более колонн, преобразована в линию с установкой одной периодически работающей колонны, которая позволяет получить из бражки путем последовательного отбора головной и хвостовой фракций этиловый спирт-сырец с последующим его укреплением и очисткой до параметров спирта ректифицированного.

Как показал опыт эксплуатации таких насадочных колонн, получение требуемого качества спирта на периодически действующих установках осложнено большими потерями основного продукта. В состав спиртовых смесей входят многочисленные, различные по химической природе примеси низкой концентрации [6], которые оказывают определяющее влияние на качество пищевого ректифицированного спирта и усложняют его очистку.

В связи с недостатком информации по работе вышеотмеченных ректификационных установок в статье представлены экспериментальные данные, накопленные при разработке и эксплуатации насадочных колонн со спирально-призматической насадкой при ректификации этилового спирта, а также показана новая конструкция укрепляющей части ректификационной колонны, реализующая эффекты термической неадиабатной ректификации [7, 8], позво-

лившая существенно улучшить очистку этанола, сократить потери продукта, время разделения и энергозатраты.

Объекты и методы исследования

Схемы узлов исследованных конструкций ректификационных колонн представлены на рис. 1, схема встроенного дефлегматора – на рис. 2.

В качестве исходного сырья при получении этанола был использован пищевой сахар. Анаэробное брожение осуществлялось в дрожжерастильном чане объемом 1 м³ в течение шести суток с выходом этанола 0,5 кг/кг. Ректификация бражки осуществлялась периодическим способом с отбором головной фракции и получением спирта-сырца, включающего: этанола 89–94 % об.; альдегидов в пересчете на уксусный в безводном спирте не более 35 мг/л; эфиров в пересчете на уксусно-этиловый в безводном спирте не более 38 мг/л; сивушных масел в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1) в безводном спирте не более 658 мг/л; метилового спирта в пересчете на безводный спирт не более 0,004 %.

Полученный спирт-сырец разбавлялся технической водой до концентрации 50 % об. Затем осуществлялась повторная ректификация с отбором головной фракции. Технологические параметры процесса представлены в табл. 1. Отбор этанола прекращался при отклонении давления в нижней части колонны на 10 % от установившегося режима. Состав этилового спирта определялся с использованием хромато-масс-спектрометра YCD plus (колонка – 30 м, 0,25 мм – D-HP-58).

Основные конструктивные и технологические характеристики исследованных ректификационных колонн представлены в табл. 1.

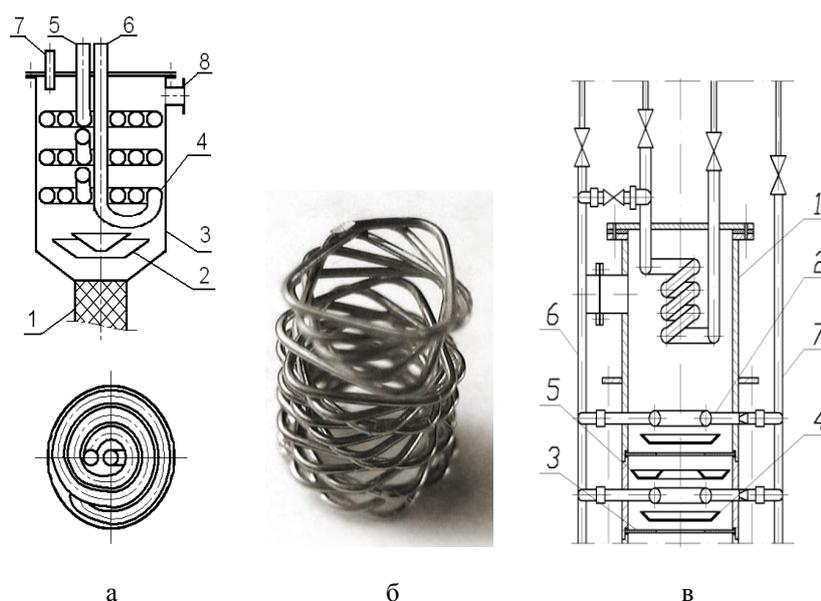


Рис. 1. Схемы ректификационных установок: а – насадочная колонна со встроенным дефлегматором из спиралей Архимеда: 1 – насадочная колонна; 2 – распределитель флегмы; 3 – корпус дефлегматора; 4 – дефлегматор; 5, 6 – патрубки для ввода и вывода охлаждающей воды; б – спирально-призматическая насадка; в – колонна со ступенями термической ректификации: 1 – корпус колонны; 2 – дефлегматоры; 3, 4, 5 – элементы контактной ступени; 6, 7 – коллекторы для подвода и отвода воды

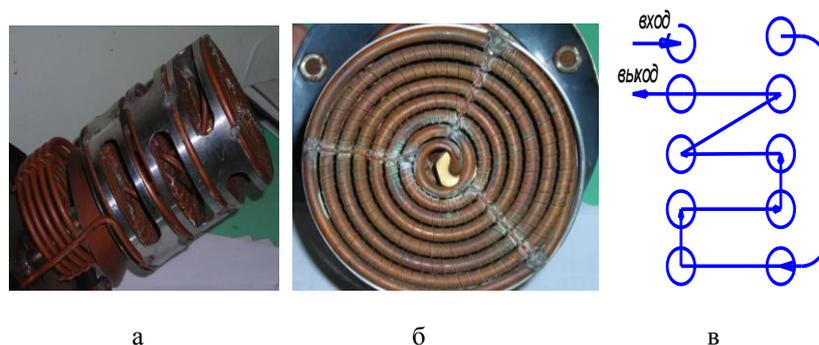


Рис. 2. Конструкция встроенного дефлегматора ректификационной насадочной колонны: а – внешний вид; б – вид дефлегматора с торца; в – схема подключения охлаждающей воды в дефлегматор

Поверхность теплообмена у дефлегматора, изготовленного в виде спиралей Архимеда [9], выполнялась из медных трубок диаметром 8×1 мм, количество спиралей 4 шт., расстояние между ними 50 мм, величина зазора между витками спирали 1,2–1,5 мм. Для удаления пленки конденсата с поверхности трубок на них наматывалась медная проволока толщиной 0,1 мм с шагом 35 мм. Отношение внутреннего диаметра колонны в месте установки дефлегматора к диаметру основной части насадочной колонны составило 1,5. В колонну засыпалась спирально-призматическая насадка размером $4,0 \times 3,0 \times 0,18$ мм, выполненная из нихромовой проволоки с насыпной плотностью 1300 кг/м^3 . Кубовая часть колонны емкостью $0,5 \text{ м}^3$ снабжена рубашкой с встроенными электронагревателями. Расход подаваемой воды в дефлегматоры составил $0,04\text{--}0,5 \text{ м}^3/\text{ч}$ при ее начальной температуре $7\text{--}13 \text{ }^\circ\text{C}$. Перед подачей в дефлегматор вода пропусклась через фильтр, выполненный из сетки, с целью устранения твердых включений. Повышение начальной температуры охлаждающей

воды приводит к увеличению ее расхода. Рассматриваемые в работе элементы колонны в периодическом режиме и продувании насадки водяным паром перед запуском эксплуатируются нами более десяти лет.

Комбинированная колонна, на контактных ступенях которой в укрепляющей части реализовывался процесс неадиабатной термической ректификации (см. рис. 1в), состояла из двух частей. В нижнюю часть колонны диаметром 130 мм и длиной 1,4 м засыпалась спирально-призматическая насадка. Верхняя часть колонны диаметром 200 мм и высотой 0,8 м была выполнена из 10 контактных ступеней, на каждой из которых размещались по три пластины диаметром 160–210 мм, выполненных из медного листа толщиной 0,25 мм (см. рис. 1в, позиции 3, 4, 5), а также устанавливались дефлегматоры, изготовленные из медной трубки диаметром 8 мм с поверхностью теплообмена $0,01 \text{ м}^2$. Колонна, реализующая неадиабатную термическую ректификацию (см. табл. 1), имела [7] диаметр 200 мм, на ней устанавливалось 25 контактных ступеней высотой 70 мм, выполненных из пластин толщиной 0,25 мм (см. рис. 1в, позиции 3, 4, 5).

Таблица 1

Параметры исследованных ректификационных колонн при укреплении этилового спирта-сырца

Параметр	Диаметр колонны, мм					
	51	80	130	195	130/200	200
	Насадочная				Комбини- рованная	Колонна термической ректификации
Мощность ТЭН, кВт	2,0	5,0	13,0	30,0	15,0	15
Высота слоя насадки, м	1,7	1,9	1,25	1,7	1,4	–
Количество ступеней, шт.	–	–	–	–	10	25
Поверхность дефлегматора, м ²	0,045	0,09	0,28	0,6	0,3	0,45
Масса насадки, кг	7,0	11	23	71	26	–
Расход дистиллята, л/ч	1,4	3,5	9,0	26	15	–
Концентрация этанола, % об.	96,0	96,6	96,2	96,4	96,6	96,7
Температура воды на выходе из дефлегматора, °С	71	76	74	74	76,2	–
Флегмовое число: при отборе этанола при отборе головной фракции	4,0 50	4,0 50	4,0 46	3,0 35	2,5 6,0	3,0 –
Время отбора (объем спирта-сырца 100 л), мин: головной фракции этилового спирта	250 –	250 1714	250 667	250 230	8 400	– –
Количество головной фракции (объем спирта-сырца 100 л), л	–	3	4,5–5	4,0	0,4	–
Удельные энергозатраты, кВт×ч/кг	–	1,6	2,0	2,4	1,0	1,0

Результаты и их обсуждение

Как установлено, в дефлегматоре, выполненном из спиралей Архимеда, (см. рис. 2), при низких расходах пара и жидкости наблюдается капельный режим течения с образованием флегмы и срывом ее в виде капель с поверхности витков. При расходе флегмы 12–27 л/ч и скорости газа в зазоре между витками спирали 0,9–1,5 м/с наблюдается режим течения, соответствующий работе провальной тарелки. При скорости паров смеси выше 2 м/с устанавливается режим подвисяния с последующим захлебыванием колонны. Гидравлическое сопротивление дефлегматора без орошения составляет не более 350 Па.

При значениях критерия Рейнольдса охлаждающей воды в медных трубках дефлегматора, равных 2500–3000, величина коэффициента теплопередачи составила не более 500 Вт/(м²·К). Причем наибольшие значения получены при подключении дефлегматора к системе охлаждения по схеме, представленной на рис. 2в. Температура охлаждающей воды на выходе из дефлегматора составила 71–76 °С (см. табл. 1). С увеличением температуры охлаждающей воды на выходе из дефлегматора эффективность колонны по Мерффри и стабильность ее работы возрастают. Уменьшение мощности нагревателей в кубе колонны приводит к снижению расхода охлаждающей воды в дефлегматоре, что требует при его проектировании использования медных труб малого диаметра с целью обеспечения турбулентного режима. В этой связи применение колонн диаметром менее 80 мм со встроенным дефлегматором неэффективно, так как из-за низкого температурного напора в колонне не обеспечивается требуемый нагрев флегмы. Измерение концентрации этанола в парах и в жидкости,

проходящих через дефлегматор, позволило рассчитать его эффективность по Мерффри, которая не превысила 0,1, при этом состав спирта ректификата до и после дефлегматора практически не отличался. В этой связи можно сделать вывод, что основная функция дефлегматора в рассматриваемых колоннах сводится к обеспечению температуры флегмы, близкой к температуре кипения смеси, размещенной в верхних слоях насадки. Поэтому усложнение конструкции дефлегматора путем выполнения определенных зазоров между витками спиралей Архимеда [2], а также между корпусом и витками не оправдано, это лишь усложняет изготовление дефлегматора.

В исследованных насадочных колоннах при укреплении этанола высота слоя насадки 100 мм оказалась эквивалентна одной теоретической ступени. При работе насадочной колонны выявлено три гидродинамических режима: пленочный, подвисяния, захлебывания. Стабильная работа установки наблюдается в диапазоне изменения фактора скорости:

$$\Phi = \omega \sqrt{\rho_n} = (0,36 - 0,5), \text{ Па}^{0,5},$$

где ω – среднерасходная скорость пара по сечению колонны, м/с; ρ_n – плотность паров смеси, кг/м³.

Смесь, полученная при укреплении спирта-сырца, имеет следующий состав: этанола 96–96,4 % об.; массовая концентрация альдегидов в пересчете на уксусный альдегид в безводном спирте не более 5,5 мг/л; массовая концентрация эфиров в пересчете на уксусно-этиловый в безводном спирте не более 4 мг/л; массовая концентрация сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового

спиртов (3:1) в безводном спирте не более 2 мг/л; объемная концентрация метилового спирта в пересчете на безводный спирт не более 0,002 %. Потери этанола с головной фракцией при флегмовом числе 35–50 составили 3–5 %, а удельные затраты на укрепление спирта-сырца – 1,6–2,4 кВт×ч/кг.

Большие потери этанола с головной фракцией обусловлены прежде всего переохлаждением флегмы на теплопередающей поверхности дефлегматора. Зависимость гидравлического сопротивления насадочной колонны от фактора разделения при ректификации рассматриваемой смеси представлена на рис. 3. Величина сопротивления исследуемых колонн составила 1000–4000 Па, а плотность орошения – до 3000 кг/(м²×ч). С увеличением скорости пара по сечению колонны удерживающая способность насадки снижается (рис. 4).

ΔP , мм вод. ст.

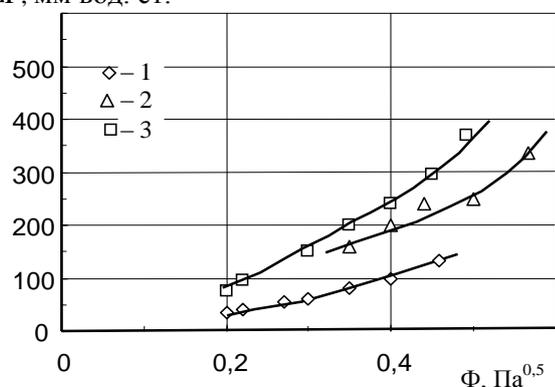


Рис. 3. Зависимость гидравлического сопротивления колонны ΔP от фактора скорости при флегмовом числе $R = \infty$, $d = 80$ мм, $l = 1,7$ м. Экспериментальные точки (1–3): 1 – сопротивление сухой насадки; 2 – система воздух–вода (расход воды 0,7 м³/ч); 3 – пары 96 % об. этанола

V , мл

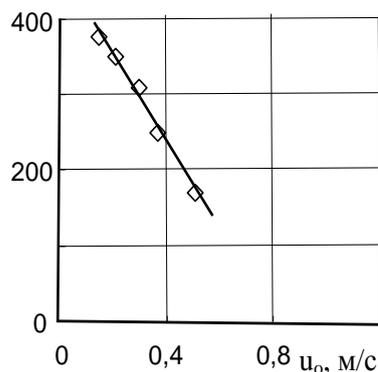


Рис. 4. Зависимость удерживающей способности V насадки высотой 0,1 м от скорости газа по сечению колонны диаметром 80 мм

С целью интенсификации процесса разделения и снижения потерь продукта была исследована комбинированная ректификационная колонна, верхняя часть которой состояла из ступеней неадиабатной

термической ректификации, выполненных в виде пластин (см. рис. 1в). Дефлегматоры 2, размещенные на каждой контактной ступени, позволили [7, 8] обеспечить наличие флегмы и ее частичное испарение на пластинах с образованием вторичного пара с повышенной концентрацией легколетучих компонентов. В конденсате, образованном под нижней поверхностью пластин, за счет эффекта дробной ректификации достигнуто образование повышенной концентрации высококипящего компонента, что приводит к существенной интенсификации процесса разделения.

Эффективность по Мерффри контактных ступеней, выполненных из пластин, при концентрации этанола в смеси 20–96 % об. составила 0,6–1,2, тогда как при отсутствии дефлегматоров 2 (см. рис. 1в) на рассматриваемых ступенях их эффективность не превышает 0,1. С увеличением скорости газа между пластинами эффективность ступени возрастает. При флегмовом числе 6,2 и количестве отобранной головной фракции 0,4 % от общего количества смеси в комбинированной колонне состав смеси включает: этанола 96,6 % об.; массовая концентрация альдегидов в пересчете на уксусный в безводном спирте не более 2,0 мг/л; массовая концентрация эфиров в пересчете на уксусноэтиловый в безводном спирте не более 0,5 мг/л; массовая концентрация сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1) в безводном спирте не более 0,8 мг/л; объемная концентрация метилового спирта в пересчете на безводный спирт – следы, что указывает на высокую разделятельную способность комбинированной колонны.

Текущие затраты на процесс из-за уменьшения времени отбора сократились вдвое (см. табл. 1). Разработанная колонна работоспособна с высокой эффективностью при достаточно низком флегмовом числе 2,5–3,0. При этом достигнуто снижение удерживающей способности контактных ступеней по жидкости на порядок, что обеспечивает низкие потери обрабатываемого продукта. Следует отметить, что фактор разделения нижней части комбинированной колонны повысился и составил 0,8–0,9 Па^{0,5}.

Гидравлическое сопротивление контактной ступени, реализующей процесс термической ректификации, составило не более 20 Па. Важными преимуществами разработанной колонны являются низкое гидравлическое сопротивление и достижение эффективного разделения многокомпонентной смеси путем изменения температуры теплоносителя, подаваемого в дефлегматоры.

Таким образом, приведенные данные, накопленные при конструировании и исследовании теплообменных малотоннажных колонн, свидетельствуют о возможности осуществления эффективного разделения многокомпонентных смесей при использовании комбинированной колонны с контактными ступенями термической неадиабатной ректификации. При этом апробирован новый способ ректификации, защищенный патентом, и показано его потенциальное преимущество в сравнении с известными. Достигнута высокая эффективность очистки этанола от примесей при низком гидравлическом сопротивлении и высоте колонны.

Список литературы

1. Лихтенберг, Л.А. Производство спирта из зерна: перегонка и ректификация спирта / Л.А. Лихтенберг // Пищевая промышленность. – 1997. – № 7. – С. 68–69.
2. Патент № 2115455. Установка для получения спирта / АО «Конверсия».
3. Лукерченко, В.Н. Высокоэффективные ректификационные колонны в производстве спирта / В.Н. Лукерченко // Пищевая промышленность. – 2000. – № 3 – С. 70–71.
4. Лукерченко, В.Н. Ректификация спирта в многотрубных колоннах / В.Н. Лукерченко // Пищевая промышленность. – 2000. – № 6. – С. 54–55.
5. Патент РФ № 2090237. Элемент насадки для ректификационной колонны / Янушкевич В.А., Лукерченко В.Н., Лапин А.А. – Бюл. № 3, 1997.
6. Умрихин, Е.Д. Исследование процесса получения высококачественного этилового спирта методом периодической ректификации / Е.Д. Умрихин, Т.Г. Короткова, Е.Н. Константинов // Известия вузов. Пищевая технология. – 2001. – № 2–3. – С. 55–59.
7. Патент РФ № 2437698. Способ ректификации / Войнов Н.А., Паньков В.А., Войнов А.Н. – Бюл. № 36, 2011.
8. Патент РФ № 2445996. Ректификационная колонна / Войнов Н.А., Паньков В.А., Войнов А.Н. – Бюл. № 33, 2011.
9. Войнов, Н.А. Исследование встроенного дефлегматора в насадочной колонне / Н.А. Войнов, В.А. Паньков, А.В. Кустов // Химическая промышленность сегодня. – 2010. – № 3. – С. 52–56.

ФГБОУ ВПО «Сибирский государственный
технологический университет»,
660049, Россия, г. Красноярск, пр. Мира, 82.
Тел./факс: (3912) 27-23-73
e-mail: sibstu@sibstu.kts.ru

SUMMARY

A.N. Voinov, O.P. Zhukova, V.A. Pankov, N.A. Voinov

ETHYL ALCOHOL RECTIFICATION IN COLUMNS WITH SPIRAL PRISMATIC NOZZLE

Experimental data on the strengthening of crude ethyl alcohol in a packed column, and the results of a study on contact stages of non adiabatic thermal rectification are presented.

Separation, packed column, the contact stage, efficiency.

Siberian State Technological University
82, pr. Mira, Krasnoyarsk, 660049, Russia
Phone/Fax: +7 (3912) 27-23-73
e-mail: sibstu@sibstu.kts.ru

