

РУКОВОДСТВО ПО РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА

С помощью лабораторного оборудования периодического действия.

В этом руководстве изложена теория и практика получения этилового спирта-ректификата. В абсолютно доступной форме излагается классическая теория тепломассообменного процесса, который является основой для получения спирта. Приведена конструкция типовой лабораторной ректификационной колонны периодического действия и даны пояснения для правильной и осознанной работы на этом устройстве.

Руководство поможет закоренелым самогонщикам переосмыслить отношение к процессу приготовления своего «продукта», и, наконец, произвести в домашних условиях именно ту самую, настоящую «русскую водку» (смешав 200мл своего высококачественного 96% спирта с 300мл родниковой воды), которую так ценят за рубежами нашей Родины.

Книга может быть полезна студентам вузов в качестве дополнительного материала к лабораторному практикуму по ректификации и всем любознательным и рачительным хозяевам, которые ставят перед собой задачу комплексной и безотходной переработки сельскохозяйственного сырья и самостоятельного приготовления спирта-ректификата для собственного хозяйства.

Содержание

Содержание.....	2
Обращение разработчиков фирмы «ПрагмаТехник» к покупателю.	3
Введение.....	4
1. Откуда берется спирт как химическое вещество.....	5
2. Теплофизические свойства водно-спиртовых растворов.....	6
2.1. Концентрация спирта.	6
2.2. Температура кипения водно-спиртовой смеси.	6
2.3. Равновесие фаз.....	7
2.4. Основные свойства спирта-ректификата.....	9
2.5. Температура кипения спирта-ректификата и атмосферное давление.	9
3. Теория и практика простой перегонки бражки.	10
3.1. Цель простой перегонки.....	10
3.2. Оборудование для простой перегонки.....	10
3.3. Работа аппарата простой перегонки.....	10
4. Теория ректификации.....	13
4.1. Цель ректификации.....	13
4.2. Оборудование для ректификации.....	13
4.3. Работа ректификационной колонны.	14
4.4. Что такое «теоретическая тарелка» и сколько их нужно.....	15
4.5. Физическая тарелка и чем она отличается от теоретической.	16
4.6. Насадка и где в ней «теоретические тарелки».....	16
4.8. Пропускная способность колонны. Захлебывание колонны.....	17
4.9. Атмосферное давление и устойчивая работа колонны.	18
4.10. Перепад давления в колонне и как его измерять.	18
4.11. Флегмовое число и как правильно его установить.....	19
4.12. Мощность, производительность, резервы и название установок.	20
5. Практика ректификации спирта.....	21
5.1. Подготовка колонны к работе.	21
5.2. Предварительные расчеты.	21
5.3. Процесс ректификации.....	22
А) Нагревание.	23
Б) Стабилизация.....	23
В) Отбор головных фракций.....	24
Г) Отбор фракции пищевого спирта.....	24
Д) Отбор хвостовых фракций (остатка).....	25
5.4. Повторная ректификация.	25
6. Химическая обработка бражки и спирта-сырца.....	27
7. Проверка качества спирта.....	28

Обращение разработчиков фирмы «ПрагмаТехник» к покупателю.

Вы приобрели установку для ректификации спирта и Вам не терпится её немедленно опробовать. Не торопитесь. Сначала внимательно изучите нашу Инструкцию, иначе Вас ждёт разочарование. Ведь при неправильной эксплуатации нашего оборудования Вы можете запросто превратить его в самый банальный самогонный аппарат.

В предлагаемой Вашему вниманию Инструкции имеется раздел, посвящённый теории ректификации. Не поленитесь прочитать его внимательно и до конца. Уверяем Вас, что тот, кто овладеет азами этой теории, не будет допускать грубых ошибок, научится «чувствовать» тонкости процесса и сможет стать настоящим мастером в приготовлении традиционных русских спиртных напитков.

Особенно настаиваем на изучении теоретических основ тех покупателей, кто приобрёл установки в минимальной комплектации (без испарительной ёмкости, без термометра или электронного компаратора температур), поскольку в этом случае правильная работа нашего оборудования предполагает аюсолютно полное понимание физических процессов, происходящих при ректификации.

Фирма «ПрагмаТехник» благодарит Вас за то, что Вы приобрели наше оборудование, и выражает уверенность в том, что работа на нём будет доставлять Вам только удовольствие.

Введение

Всем хорошо известно, что этиловый спирт находит широкое применение в домашнем хозяйстве не только как пищевой продукт, используемый для приготовления напитков и как консервирующее средство в заготовках плодов, ягод и соков. Он незаменим и при приготовлении лекарственных настоек, является хорошим средством, стимулирующим кровообращение, и поэтому применяется как эффективное средство для компрессов и растирок.

Получение спирта в домашнем хозяйстве всегда было связано с двумя основными проблемами: юридической (запрет самогонварения) и технической (отсутствие простого, дешёвого и надёжного оборудования).

С 1 января 1997 года не существует запрета на производство спирта для нужд домашнего и фермерского хозяйства.

Решение технической проблемы достигнуто с появлением лабораторного универсального малого ректификационного комплекса ЛУММАРК, из которого комплектуются установки РУМ.

Основными направлениями применения колонн, собранных на базе модулей ЛУММАРК, являются:

повышение качества органических растворителей на малых предприятиях не химического профиля (например, очистка технических растворителей, таких, как изопропиловый спирт, ацетон и др., до квалификации Ч, ХЧ и ОЧ);

очистка растворов органических веществ в химических, биохимических, фармацевтических лабораториях и малых производствах;

переработка отходов органических растворителей с целью их повторного использования;

выделение душистых веществ на предприятиях парфюмерного профиля;

демонстрация разделения жидкостей с близкими температурами кипения методом ректификации в учебных заведениях - школах, колледжах, институтах и др.

Специалисты по ректификации пищевого спирта подобрали оптимальный (по соотношению цена – качество - производительность) состав модулей лабораторного комплекса ЛУММАРК, позволяющий комплектовать ректификационные установки типа РУМ (ректификационные установки малые) производительностью от 100мл/ч до 3л/ч, и разработали на основе запатентованного способа методику работы на этих установках, обеспечивающую получение высококачественного пищевого спирта. Эти «удачные» установки внесены в реестр лабораторного оборудования, рекомендованного для высших учебных заведений пищевой промышленности РФ.

Установки типа РУМ выполнены из материалов, разрешенных к применению в пищевой промышленности, и сертифицированы.

1. Откуда берется спирт как химическое вещество

Этиловый спирт (этанол, винный спирт) - C_2H_5OH – бесцветная жидкость с характерным запахом. Получается сбраживанием пищевого сырья, гидролизом растительных материалов и синтетически - гидратацией этилена. Очищается ректификацией.

Синтетический путь получения этанола достаточно сложен, а результатом является технический спирт-ректификат, содержащий большое количество не отделяемых ректификацией примесей. Этот путь широко применяется в промышленности.

Другой путь получения спирта более доступен и связан с технологией сбраживания простых сахаров дрожжами. Именно так получается обычное вино и именно поэтому первое имя этилового спирта – винный спирт. Химическая формула этого превращения в очень упрощенном виде выглядит так:



Т.е. из одной молекулы сахара с помощью дрожжевых клеток образуется две молекулы этилового спирта, две молекулы углекислого газа и выделяется приличное количество тепла.

Для определения соотношения массовых превращений достаточно подставить в предыдущую химическую формулу молярные массы атомов: водорода $H=1$, углерода $C=12$ и кислорода $O=16$:

$$\begin{array}{l} (12 \cdot 6 + 1 \cdot 12 + 16 \cdot 6) = 2 \cdot (12 \cdot 2 + 1 \cdot 5 + 16 + 1) + 2 \cdot (12 + 16 \cdot 2), \\ \text{или} \qquad \qquad \qquad 180 = 92 + 88; \end{array}$$

и тогда можно сделать вывод, что из 180кг сахара получается 92кг спирта и 88кг углекислого газа. Таким образом, теоретический выход спирта из сахара составляет 0,511кг/кг, а учитывая плотность этилового спирта ($\rho = 0,8\text{кг/л}$), будет равен 0,64л/кг.

Если спирт получают не из сахара, а из сахаросодержащего сырья (виноград, сахарная свекла, топинамбур и т.д.), тогда, зная сахаристость продукта, легко определить выход из него спирта. Так, например, если яблоки содержат 12% сахара, то теоретический выход спирта из сока этого сырья (выход сока из яблок составляет 70%) будет равен 54мл/кг:

$$1\text{кг (яблоки)} \Rightarrow 0,7\text{ кг (сок)} \Rightarrow 0,084\text{кг (сахар)} \Rightarrow 0,054\text{л (спирт)}.$$

Чаще всего спирт получают из крахмалосодержащего сырья (картофель, зерно и т.д.). Тогда в технологической цепочке приготовления спирта появляется процесс осахаривания крахмала – превращение (гидролиз) крахмала сырья под воздействием определенных ферментов в сахар



а затем производится его сбраживание.

Как и в предыдущем случае можно рассчитать, что из 1кг крахмала теоретически получается 1,11кг сахара. Зная содержание крахмала в сырье можно легко определить выход спирта из того или иного продукта. Так, например, если в пшенице содержится 60% крахмала, то теоретический выход спирта из такого зерна составит 0,426л/кг:

$$1\text{кг (пшеница)} \Rightarrow 0,6\text{ кг (крахмал)} \Rightarrow 0,666\text{кг (сахар)} \Rightarrow 0,426\text{л (спирт)}.$$

Практический выход спирта всегда на 10...15% меньше теоретического. Такие потери считаются нормальными и, главным образом, связаны с:

недобором, то есть с ситуацией, когда часть сахара остается в бражке и не превращается в спирт;

неправильным брожением, то есть когда часть сахара превращается не в спирт, а в некоторые другие вещества примеси;

прямыми потерями, когда часть спирта просто улетучивается вместе с углекислым газом в процессе брожения, или теряется при перегонке и ректификации.

2. Теплофизические свойства водно-спиртовых растворов.

Свойства абсолютизированного 100% этилового спирта (ЭС) с практической точки зрения мало интересны ($t_{\text{кип}}=78,3^{\circ}\text{C}$ при 760мм.рт.ст., $\rho=790\text{кг/м}^3$). Поэтому, здесь мы разберемся со свойствами бинарной (двойной) смеси ЭС + вода, дающими полное представление о работе ректификационного оборудования и получения на нем этилового спирта-ректификата.

2.1. Концентрация спирта.

Всем известно, что ЭС очень хорошо растворяется в воде образуя бинарную водно-спиртовую смесь (раствор), которая может содержать в себе любое количество спирта.

В случае использования тех или иных справочных данных необходимо четко различать два понятия концентрации спирта в водно-спиртовом растворе – массовая и объемная концентрации. Массовая концентрация спирта используется только для физических расчетов, анализа процессов горения и др. Массовая концентрация - это масса спирта в массе раствора (обозначается как % масс. , или кг/кг, или г/г). Чаще и традиционно используется понятие объемной концентрации спирта – это объем спирта в объеме раствора (обозначается как % об. , или $\text{м}^3/\text{м}^3$, или л/л , или мл/мл). Эта некоторая «путаница» в концентрациях возникает из-за разной плотности спирта ($\rho=790\text{кг/м}^3=0,79\text{г/мл}$) и воды ($\rho=1000\text{кг/м}^3=1\text{г/мл}$). Разница в цифрах объемной и массовой концентраций одного и того же раствора существенна, поэтому **далее мы будем пользоваться только понятием объемной концентрацией спирта.**

Для определения объемного содержания спирта в растворе - концентрации спирта в жидкости (X) используются специальные спиртометры: АСП-3 0...40%, АСП-3 40...70%, АСП-3 70...100%, АСП 95...105%, АСП-2 96...101%, с термометром АСПТ 60...100%. Стоит отметить, что плотность водно-спиртового раствора сильно зависит от его температуры, а все эти приборы измеряют именно плотность раствора (используют силу Архимеда). Поэтому реальное содержание спирта в растворе совпадает с показаниями этих приборов только при 20°C , что и указано на шкалах этих приборов.

Наиболее известными растворами являются водка – 40% и спирт-ректификат – 96,4%. Кстати, содержание спирта в бражке находится в пределах 7...12%, но измерять эту концентрацию с помощью спиртометров нельзя из-за наличия в бражке остаточного сахара и других примесей, влияющих на плотность раствора, и соответственно, искажающих показания прибора.

Пары ЭС также хорошо растворяются и в парах воды и образуют с ними единую паровую смесь с концентрацией спирта в них Y, которую можно определить только после конденсации этих паров – т.е. в жидкости (как в предыдущем случае) или по температуре их парообразования при 760мм.рт.ст. (см. ниже).

2.2. Температура кипения водно-спиртовой смеси.

Естественно, температура кипения раствора двух веществ - воды ($t_{\text{кип}}=100^{\circ}\text{C}$ при 760мм.рт.ст) и этанола ($t_{\text{кип}}=78,3^{\circ}\text{C}$ при 760мм.рт.ст) должна находиться между температурами кипения индивидуальных веществ. Зависимость температуры насыщенного водно-спиртового пара или температура кипения (парообразования) этой бинарной смеси от концентрации спирта в парах Y представлена на рис.1.

Стоит обратить внимание, что на этом графике существует некоторая точка А с концентрацией 96,4% температура в которой даже меньше температуры кипения 100%-го этанола.

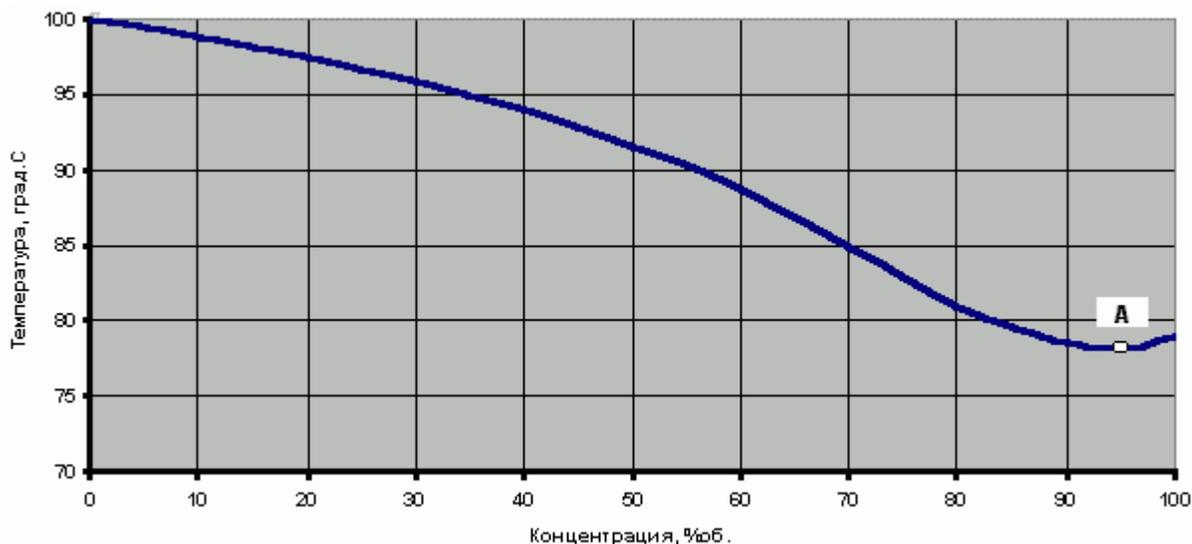


Рис.1 Температура насыщенного водно-спиртового пара или температура кипения водно-спиртовой смеси (при давлении 760 мм рт.ст.)

2.3. Равновесие фаз.

Равновесным состоянием фаз (жидкой и парообразной) называется такое их сосуществование, при котором не происходит никаких видимых качественных или количественных изменений этих фаз. Равновесие фаз считается достигнутым только в том случае, когда одновременно удовлетворяются два условия: равны температуры фаз и равны парциальные давления каждого компонента в паровой и жидкой фазах. Второе условие означает, что процесс перехода через границу раздела фаз каждого компонента из жидкой фазы в паровую фазу и обратно завершен. Т.е. составы жидкой и паровой фазы стабилизировались, а концентрации компонентов в отдельно взятой фазе одинаковы в каждой точке ее объема.

Для бинарной водно-спиртовой смеси это теоретическое высказывание означает очень простую вещь. Если в обычную колбочку (схематично нарисована внутри графика рис.2) налить небольшое количество водно-спиртовой смеси с концентрацией $X_{ж}$ и нагреть до температуры кипения этой смеси, то в образовавшемся паре концентрация спирта будет $Y_{п}$. Затем, если быстро закрыть колбочку и интенсивно встряхнуть (перемешать паровую и жидкостную фазы), то температура внутри колбочки выровняется, а пар и жидкость придут в равновесное состояние – с концентрациями в них спирта Y и X соответственно.

Если такие опыты провести для разных концентраций водно-спиртовых растворов, то можно получить некоторую зависимость равновесия фаз – кривая равновесия фаз. График кривой равновесия фаз для бинарной смеси чистый спирт + чистая вода представлен на рис.2.

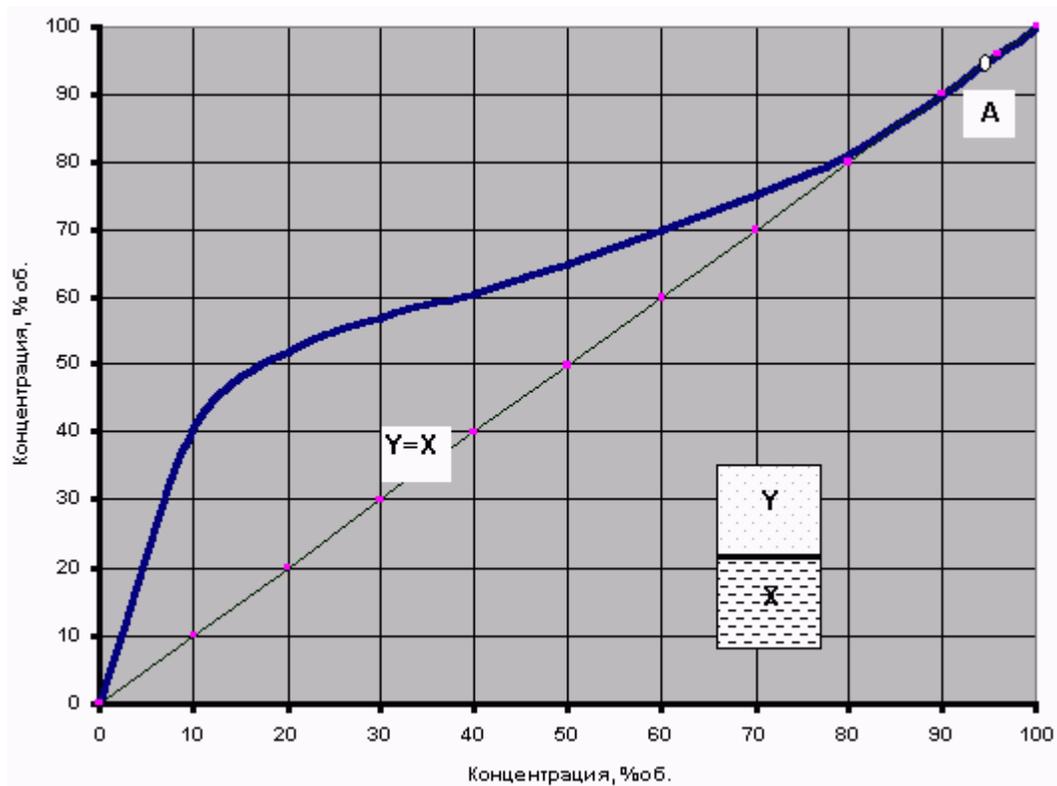


Рис.2 Кривая равновесия фаз бинарной водно-спиртовой смеси (при давлении 760 мм рт.ст.)

Теоретическая и практическая значимость кривой равновесия фаз с точки зрения процесса ректификации спирта очень велика, но к этому мы вернемся позднее в разделе «Ректификация», а сейчас покажем, как этой кривой пользоваться.

Например, при обычной перегонке бражки с концентрацией спирта $X=10\%$ образуется пар с концентрацией в нем спирта $Y=42\%$, а после его конденсации мы получаем «самогон» (конденсат, дистиллят) той же «крепости». Таким образом, если самогонный аппарат не снабжен какими-нибудь дополнительными «прибамбасами», то получить более крепкий самогон таким способом теоретически просто невозможно. Таким же образом можно «предугадать» с помощью той же кривой и результат повторной перегонки «первача» - из 40%-го дистиллята второй перегонкой можно получить 60%-ый «самогон».

Рассматривая этот график, стоит обратить внимание на диагональ $Y=X$. Именно благодаря тому, что почти вся кривая равновесия лежит выше этой диагонали, можно при испарении водно-спиртовой смеси получать концентрацию спирта в парах большую, чем его концентрация в исходной жидкости. Исключением является только точка **A** - пересечение кривой равновесия с диагональю, где $X=Y=96,4\%$. Это особая точка азеотропы.

Азеотропными или нераздельно кипящими называют смеси, у которых пар, находящийся в равновесии с жидкостью, имеет тот же состав, что и жидкая смесь ($X=Y$). При перегонке азеотропных смесей образуется конденсат того же состава, что и исходная смесь. Разделение таких смесей перегонкой и ректификацией исключается.

Водно-спиртовая смесь в особой точке азеотропы называется «этиловый спирт-ректификат (СР)». Именно к этой точке стремится процесс ректификации, именно она является предельной концентрацией спирта в этом процессе, и именно в этой точке водно-спиртовая смесь имеет минимальную температуру кипения ($t_{\text{кип}}=78,15^{\circ}\text{C}$ при 760мм.рт.ст. см. рис.1).

2.4. Основные свойства спирта-ректификата

На этот продукт существует ГОСТ 5962-67, в котором регламентируется концентрация спирта в спирте-ректификате от 96% до 96,4% и его состав.

Приведем некоторые физические свойства этилового спирта-ректификата

Плотность жидкости (при 20°C).....	812 кг/м ³ (≈0.8кг/л)
Плотность паров (при 760 мм.рт.ст.).....	1,601 кг/м ³
Температура кипения (при 760 мм.рт.ст.).....	78,15 °С
Удельная теплота парообразования.....	925 кДж/кг

Эти данные являются основой при проектировании спиртового ректификационного оборудования. А для Вас будут являться обычной справочной информацией.

2.5. Температура кипения спирта-ректификата и атмосферное давление.

Стоит отметить, что температура кипения СР существенным образом зависит от атмосферного давления. Причем эта зависимость настолько сильная (см. рис.3), что при ректификации спирта по температуре, регистрируемой, например, электронным термометром, можно определить точное значение атмосферного давления в данный момент и проградуировать обычный домашний барометр, пользуясь приведенной ниже зависимостью.

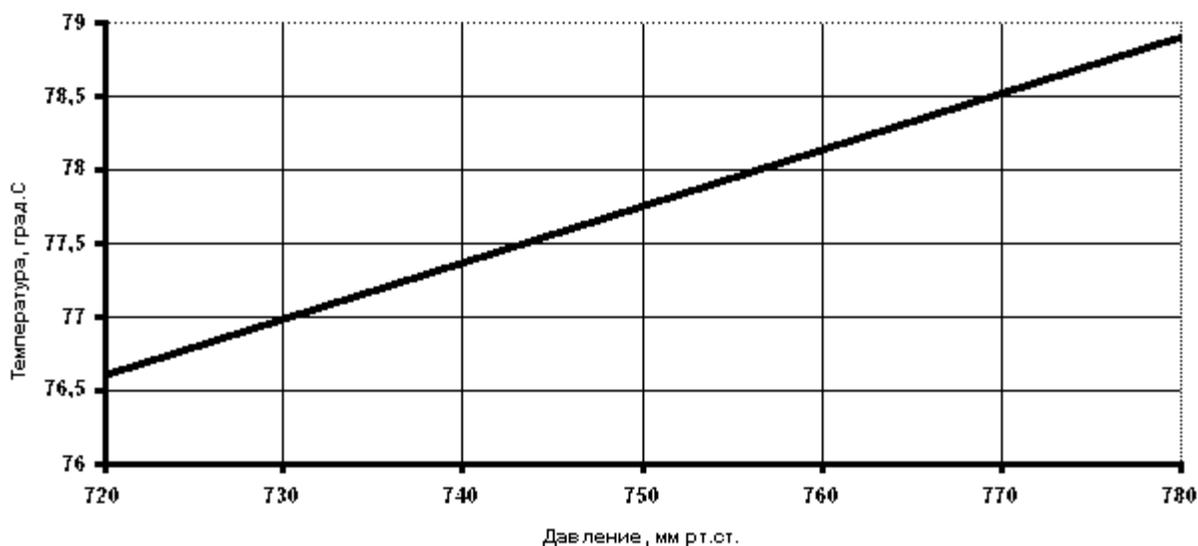


Рис.3 Зависимость температуры кипения этилового спирта-ректификата от атмосферного давления

Если Вы эксплуатируете ректификационную установку без термометра, то эта информация просто расширяет Ваш кругозор и не имеет для Вас никакого практического значения, поскольку момент выхода СР Вы с абсолютной точностью определяете по запаху. Но, для тех, кто приобрел установку с электронным термометром, эта связь температуры кипения спирта с атмосферным давлением имеет непосредственное практическое значение.

Действительно, имея профессиональное ректификационное оборудование и электронный термометр, способный с высокой точностью определять температуру спиртовых паров, Вы с удивлением можете обнаружить, что его показания отличаются изо дня в день. Если вчера Вы наблюдали температуру кипения спирта 77,0°C, а сегодня – 78,0°C, то это означает не изменение спиртового состава или неисправность ректификационного устройства, а всего лишь изменение атмосферного давления: вчера было - 730мм.рт.ст., а сегодня – 755мм.рт.ст.

3. Теория и практика простой перегонки бражки.

Простая перегонка (дистилляция) – процесс, при котором происходит однократное испарение наиболее летучих компонентов из кубовой жидкости и однократная конденсация этих паров.

3.1. Цель простой перегонки

Содержание спирта в бражке очень мало от 6 до 12%. Однако, для получения высококачественного спирта путем ректификации требуется более концентрированный спиртовой раствор, поэтому для получения спирта-ректификата на всех спиртовых заводах производят первоначальное, грубое отделение спирта от воды, в результате которого получают спирт-сырец (СС), а затем проводят его ректификацию. Такой же путь можно рекомендовать для домашней технологии приготовления спирта.

Перегонку бражки можно проводить и с помощью ректификационного оборудования (см. ниже). Используя при перегонке бражки ту же технику ректификации, можно из бражки сразу получить 80...85% -ый СС. Но это не нужно, поскольку для четкой ректификации СС, его все равно необходимо будет разбавить до концентрации 40%. Более того, перегоняя бражку на ректификационном устройстве, очень часто пеной засоряется нижняя часть колонны.

Для более эффективного использования ректификационной колонны, все таки на ней лучше проводить ректификацию, а 40%-ый самогон можно успешно получать из бражки с помощью простейшего перегонного аппарата.

3.2. Оборудование для простой перегонки

Принципиальная схема простого дистиллятора представлена на рис.4. Дистиллятор состоит из испарительной емкости – куба 1 и конденсатора-охладителя 2, которые соединены между собой наклонным патрубком 3. Куб заполнен перерабатываемой жидкостью 4, нагрев и испарение которой осуществляется нагревателем 5. Через конденсатор-охладитель постоянно протекает охлаждающая вода (показана стрелочками). Для удобства работы с дистиллятором в вертикальной части патрубком может быть установлен термометр 6, который регистрирует температуру паров направляющихся на конденсацию.

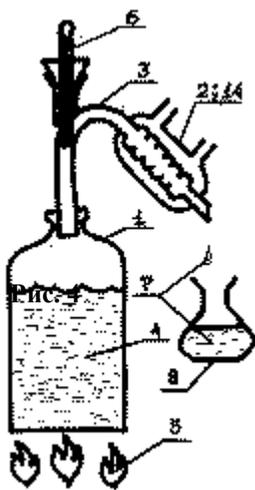


Рис. 4

3.3. Работа аппарата простой перегонки

Дистиллятор работает следующим образом. С помощью нагревателя кубовая жидкость доводится до кипения. Образовавшийся в кубе пар по патрубку попадает в конденсатор-охладитель, где происходит его конденсация и охлаждение. Полученный дистиллят 7 стекает в приемную емкость 8.

Что касается дистилляции спирта, то при работе этого устройства, процесс получения дистиллята в основном подчиняется приведенной выше кривой фазового равновесия (рис.2). Причем в начальный момент, когда концентрация спирта в растворе велика (в бражке она составляет 10...12%), велика и концентрация спирта в парах, а следовательно, и в его дистилляте (42...45%). Однако, бражка не является бинарной смесью воды и спирта, а содержит большое количество попутных примесей с меньшей и большей температурой кипения по отношению к водно-спиртовой смеси. Температура паров спирто-водяной смеси, проходящей в этот момент по патрубку, составляет величину порядка 90...94°C, но легкокипящие примеси (эфирь, ацетоны, альдегиды,

метиловый спирт и др.) в большей доле входят в состав первоначального пара, понижая эту теоретическую температуру до 65...75°C. Увеличенная концентрация легкокипящих примесей (плотность которых меньше плотности спирта) в первоначальном дистилляте искажает показания спиртомера в большую сторону, создавая иллюзию повышенной «крепости». Именно поэтому первая порция дистиллята, полученная из бражки, называется «первачём». В действительности это не концентрированный спирт, а водно-спиртовая смесь с повышенной концентрацией «отравы».

На следующем этапе перегонки изменение температуры в большей степени соответствует теории. Используя показания термометра б и пользуясь графиком рис.1, можно всегда знать концентрацию паров спирта Y, идущих на конденсацию. Постепенно концентрация спирта в кубе уменьшается, соответственно уменьшается и его концентрация в дистилляте, что отмечается увеличением температуры на термометре б. Если температура достигла 100°C, то это означает, что спирт в кубовой жидкости полностью закончился и из куба испаряется только вода.

Несмотря на то, что вблизи нулевой точки (рис.2) концентрация спирта в парах в 8 раз больше его концентрации в жидкости, процесс перегонки обычно завершают при температуре пара 97...98°C. Это связано с тем, что с этого момента начинается более интенсивное испарение сивушных масел и других хвостовых примесей.

Средняя концентрация спирта в дистилляте (типичный «самогон»), получаемого из бражки с помощью аппаратов простой перегонки, обычно не превышает 40%. Типовой график изменения температуры по времени при простой дистилляции схематично представлен на

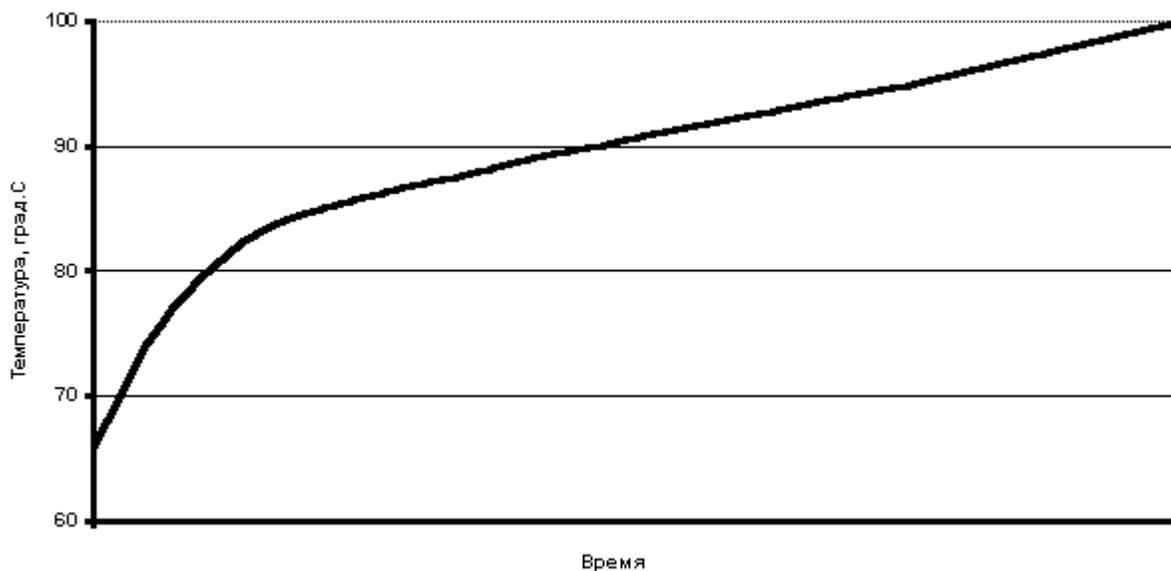


рис.5.

Рис.5 Изменение температуры паров при простой перегонке

Можно повторно провести перегонку уже 40%-го дистиллята и получить более концентрированный $\approx 60\%$ раствор спирта (см. рис.2). Затем можно многократно повторять этот процесс до получения концентрации спирта в дистилляте около 90...94%. Однако, стоит сразу обратить Ваше внимание на то, что полученный таким образом «спирт» будет содержать все примеси изначально содержащиеся в бражке. Это означает, что после разбавления такого «спирта» водой до 40% Вы получите все тот же «самогон», что и после первой перегонки.

При таком способе извлечения спирта из бражки с целью получения качественной водки требуются сложные, порой очень дорогостоящие и протекающие с большими потерями спирта и электроэнергии каскады очисток и повторных перегонок.

Именно поэтому этот путь получения качественной водки давно отошел в историю!

В настоящий момент существует другой, более простой способ получения высококачественной водки, суть которого, заключается в получении из СС («самогона») сразу 96%-го спирта-ректификата, очищенного от примесей, а затем разбавлении его хорошей водой до концентрации водочного раствора. Этот способ требует специального и достаточно сложного (но теперь с помощью фирмы «ПрагмаТехник» уже абсолютно доступного) ректификационного оборудования.

4. Теория ректификации

Ректификация – тепломассообменный процесс, который осуществляется в противоточных колонных аппаратах с контактными элементами (насадка, тарелки). В процессе ректификации происходит непрерывный обмен между жидкой и паровой фазой. Жидкая фаза обогащается более высококипящим компонентом, а паровая фаза – более низкокипящим. Процесс тепломассообмена происходит по всей высоте колонны между стекающим вниз дистиллятом, образующимся наверху колонны (флегмой), и поднимающимся вверх паром. Чтобы интенсифицировать процесс тепломассообмена применяют контактные элементы, увеличивающие поверхность взаимодействия фаз. В случае применения насадки, флегма стекает тонкой пленкой по ее развитой поверхности. В случае применения тарелок, пар в виде множества пузырьков, образующих развитую поверхность контакта, проходит через слой жидкости на тарелке.

4.1. Цель ректификации

Целью ректификации вообще является четкое разделение жидких смесей на отдельные чистые компоненты.

При ректификации спирта основная задача - из 40%-го СС получить СР с концентрацией в нем ЭС не менее 96% при минимальном содержании посторонних примесей. Для этого процесс ректификации СС проводят за один раз на специальном ректификационном оборудовании. Это оборудование позволяет разделять водно-спиртовую смесь на отдельные азеотропные фракции, отличающиеся температурами кипения. Одной из таких фракций является пищевой спирт-ректификат.

4.2. Оборудование для ректификации

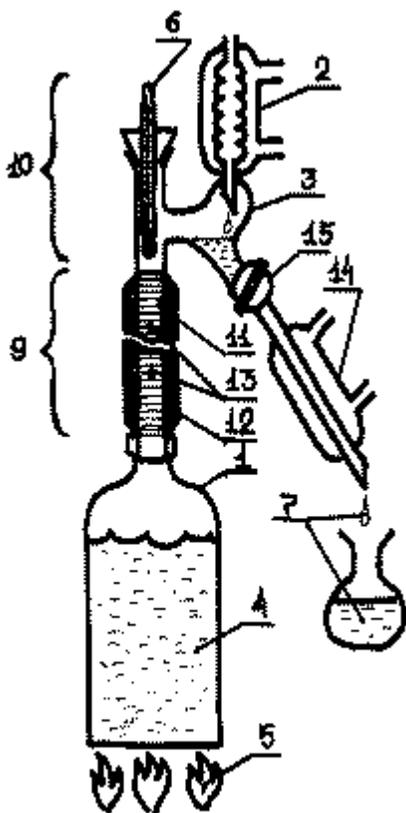


Рис. 6

В промышленности применяются ректификационные установки непрерывного действия. В этих установках 85%-ый СС и перегретый водяной пар смешиваются в нижней части колонны и превращаются в $\approx 40\%$ -ый водно-спиртовой насыщенный пар при температуре $\approx 94^\circ\text{C}$ (см. рис.1). Эта паровая смесь непрерывно поступает в ректификационную колонну, расслаивается по ее высоте на отдельные фракции, которые непрерывно и с определенным темпом отбираются из разных частей колонны. Для обеспечения нормальной работы таких непрерывных колонн требуются достаточно сложные и дорогие элементы автоматики.

В химических и физических лабораториях обычно применяют ректификационные колонны периодического действия, не требующие никакой автоматики. Эти колонны оборудованы только элементарными средствами регулировки отбора, температурного контроля и манометрическим измерителем перепада давления на колонне.

Принципиальная схема периодической ректификационной установки представлена на рис.6. Установка состоит из испарительной емкости – куба 1 и ректификационной колонны, установленной вертикально на крышке куба. Куб заполнен перерабатываемой жидкостью 4, нагрев и испарение которой осуществляется нагревателем 5.

Колонна включает в себя ректификационную часть 9 и головку колонны 10. Ректификационная часть колонны представляет собой трубу 11, покрытую снаружи теплоизоляцией 12 и заполненную внутри контактными элементами 13. Головка колонны представляет собой систему патрубков 3 к которой в соответствии со схемой подсоединены: термометр 6, конденсатор 2, охладитель 14 и регулятор отбора 15. Внизу ректификационной части колонны обычно монтируется манометрическая трубочка 16 для измерения перепада давления в колонне. Через охладитель 14 и конденсатор 2 постоянно протекает охлаждающая вода.

4.3. Работа ректификационной колонны.

Ректификационная установка работает следующим образом. С помощью нагревателя кубовая жидкость доводится до кипения. Образующийся в кубе пар по ректификационной части колонны 9 поднимается вверх и попадает в конденсатор 2, где происходит его полная конденсация. Часть этого конденсата (флегмы) возвращается в ректификационную часть колонны, а другая часть проходит через охладитель 14 и в виде дистиллята 7 стекает в приемную емкость 8. Соотношение между расходами флегмы и отбираемого дистиллята называется флегмовым числом и устанавливается с помощью регулятора отбора 15. По всей высоте ректификационной части колонны происходит процесс тепломассообмена между стекающей вниз флегмой и поднимающимся вверх паром. В результате этого в головке колонны накапливается в виде пара и флегмы самый легкокипящий (с наименьшей температурой кипения) компонент кубовой жидкости, а следом за ним сама собой выстраивается «номерная очередь» (вниз по высоте колонны) из разных веществ. «Номером» в этой очереди является температура кипения каждого компонента, возрастающая по мере опускания по колонне. С помощью регулятора 15 осуществляется медленный и последовательный отбор этих веществ в соответствии с их очередностью. «Номер» отбираемого в каждый момент вещества регистрируется с помощью термометра 6. Зная эту температуру с учетом атмосферного давления, можно достаточно точно указать основное вещество дистиллята, отбираемое в данный момент времени.

Для пояснения приведем простейший и наглядный пример лабораторной ректификации. Нальем в испарительную емкость ацетон (20мл), метиловый спирт (30мл), этиловый спирт (50мл) и воду (100мл). Общее количество кубовой жидкости составит 200мл. Проведем ректификацию с записью текущей температуры и текущего объема получаемого дистиллята 7. Общий объем отобранного дистиллята доведем до 120мл, при этом остаток кубовой жидкости (воды) составит 80мл. По записям построим график изменения температуры от текущего объема дистиллята рис.7. На графике отчетливо видны четыре горизонтальных участка **α** ($t_k = \text{const}$) и три переходных участка **β** между ними. Участки **α** – это индивидуальные чистые компоненты исходной смеси, а переходные участки **β** – это промежуточные вещества, состоящие из смеси двух чистых соседних компонентов. Пусть процесс ректификации проходил при атмосферном давлении 760мм.рт.ст., тогда по «высоте» и «длине» каждой ступеньки можно легко сделать вывод о качественном и количественном составе исходной смеси:

№ пп	Индивидуальное вещество	t_k , °С	Кол-во, Кол-во, %	
			мл	
1	ацетон	56,2	20	16,7
2	метиловый спирт	64,7	30	25,0
3	этиловый спирт	78,1	50	41,7
4	вода	100	20+80	16,7

В процессе ректификации каждые индивидуальные и промежуточные вещества можно отбирать в отдельные приемные емкости 8, что позволяет не только провести качественный и количественный анализ исходной смеси, но и получить все ее компоненты отдельно.

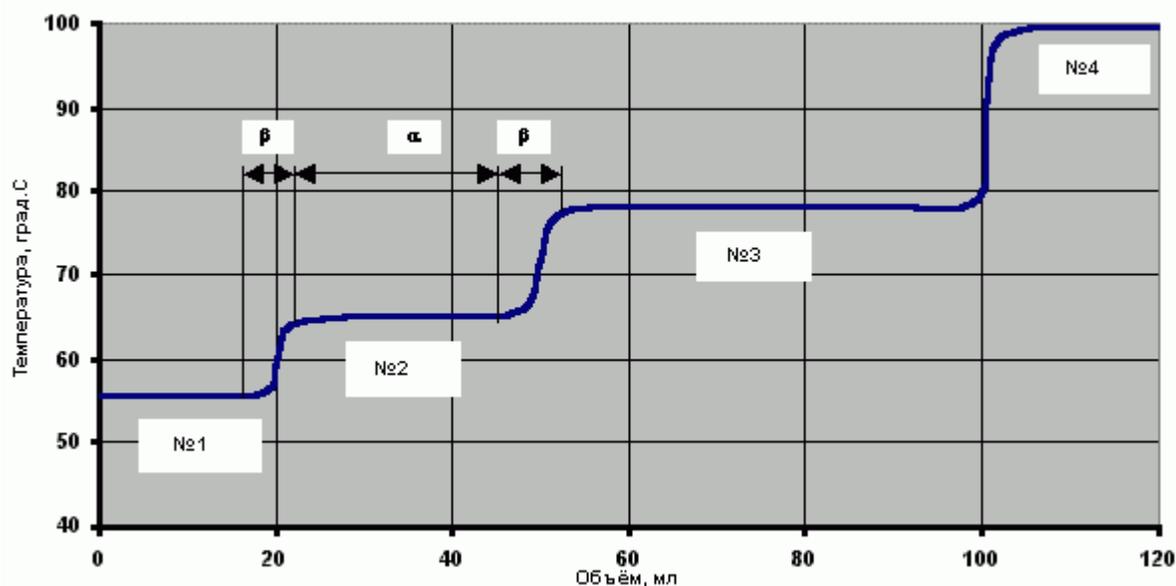


Рис.7 Изменение температуры при ректификации 4-х компонентной жидкости

4.4. Что такое «теоретическая тарелка» и сколько их нужно.

Рассмотрим более внимательно кривую равновесия фаз бинарной водно-спиртовой смеси, представленную на рис.2. Как было указано в примере, можно из 10%-го спиртового раствора с помощью простой перегонки получить 40%-ый раствор. Затем из 40%-го раствора тем же способом можно получить 60%-ый раствор.

Легко построить на кривой равновесия фаз ряд последовательных ступенек 10-40; 40-60; 60-70; 70-75; и т.д. и убедиться в том, что для достижения в конечном дистилляте концентрации спирта, равной 96%, теоретически потребуется не менее 9...10 таких последовательных перегонок.

Каждая такая перегонка-ступенька условно называется **теоретической тарелкой (ТТ)**. Количество ТТ физически означает количество перегонок, необходимых для получения 96%-го спирта из его 10%-го раствора чистого спирта в чистой воде.

Теоретическую тарелку иногда (а в настоящее время все чаще) называют единицей массопереноса или единицей переноса (ЕП).

На практике мы никогда не имеем чистой смеси спирта с водой (если это не хорошая водка). На практике, единственным источником спиртосодержащей жидкости для получения спирта-ректификата является бражка или самогон. Оба этих раствора кроме воды и спирта содержат в себе небольшое (по объему) количество примесей. Однако в этих примесях обнаружено порядка 70 разнообразных компонентов, температура кипения которых находится вблизи температуры кипения спирта-ректификата. Более того, многие из этих примесей с «большим удовольствием» образуют со спиртом и водой многокомпонентный азеотроп спирта-ректификата с ухудшенными вкусовыми свойствами.

Опыт показал, что для получения качественного спирта из указанных выше «первоисточников» необходимо иметь не менее 25...30 ТТ или, что одно и то же, - 25...30 ЕП. В ректификационных комплексах РУМ, собранных из отдельных модулей ЛУММАРК ректификационная часть колонны имеет не менее 35 ТТ, а некоторые модели, такие как РУМ-3, имеют порядка 40 ТТ (сорок единиц переноса!).

4.5. Физическая тарелка и чем она отличается от теоретической.

В качестве контактных элементов в больших ректификационных колоннах обычно используются тарелки. Каждая такая тарелка, расположенная в колонне, называется **физической тарелкой (ФТ)**. Назначение такой тарелки, как и любого другого контактного устройства, - обеспечить наиболее тесное соприкосновение жидкой и паровой фаз для максимального достижения состояния равновесия между ними.

Тарелки работают следующим образом. Пар в виде пузырьков с развитой поверхностью проходит через слой флегмы, находящейся на тарелке. В результате такого «пробулькивания», тепломассообмен между жидкой и паровой фазами интенсифицируется. Однако после прохода пара через одну тарелку равновесие между фазами не достигается. Мерой отличия состояния паровой и жидкостной фаз от их равновесного состояния является **коэффициент полезного действия (КПД)** тарелки.

У классических тарелок КПД составляет порядка 50-60%. Т.е. для достижения состояния равновесия фаз, соответствующего одной ТТ, потребуется около двух ФТ. Таким образом для реализации в ректификационной колонне 40 ТТ потребуется установить в ней порядка 80 ФТ классической конструкции. В ЛУММАРК впервые применены новые вихревые тарелки, КПД которых близок к 100%. Именно поэтому установки РУМ-3 «ТУРБО» и РУМ-3 «КЛАССИК» имеют беспрецедентно малую высоту и вес, а в ее ректификационной части установлено только 40 ФТ, что соответствует 40 ТТ.

4.6. Насадка и где в ней «теоретические тарелки».

Для успешного взаимодействия флегмы, стекающей вниз по колонне, и пара, движущегося вверх, можно использовать любые другие контактные элементы, увеличивающие площадь и эффективность этого взаимодействия.

Для ректификационных колонн сверхмалого диаметра (10-30мм) более эффективным, по сравнению с тарелкой, контактным элементом является **насадка**. Насадка заполняет собой весь внутренний объем ректификационной части колонны. Существует множество различных типов насадок, например, регулярные насадки – Спрейпак, Зульцер, Стедман ; хаотичные (насыпные) – керамические кольца Лессинга, Паля, Берля, наиболее распространенная - проволочная спирально-призматическая насадка.

В ректификационных модулях ЛУММАРК используются насадки типа Зульцер (из гофрированной нержавеющей или медной сетки с навивкой по спирали Архимеда), спирально-призматическая (мелкие пружинки из нержавеющей или медной проволоки) и специальная спирально-винтовая.

Процесс тепломассообмена на таких контактных элементах проходит непрерывно, а состояние фазового равновесия, эквивалентное одной ТТ, наступает после преодоления паром некоторой высоты насадки. И тогда обычно говорят о высоте слоя насадки, эквивалентного одной ТТ, т.е. для насадочных колонн обычно употребляют понятие – **высота теоретической тарелки ВТТ** или **высота единицы переноса ВЕП** (в настоящее время употребляется чаще).

Эту высоту обычно оценивают в миллиметрах, что позволяет легко сравнивать эффективность той или иной насадки по ее ВЕП и рассчитывать высоту всей ректификационной части колонны. Так, например, при внутреннем диаметре колонны 30мм у спирально-призматической насадки ВЕП равна 20...25мм, а у насадки типа Зульцер ВЕП равна 15...20мм.

У насадок высота единицы переноса сильно зависит от диаметра колонны и стремительно увеличивается при его увеличении. Именно поэтому столь эффективные насадочные контактные элементы практически не применяются в больших промышленных ректификационных установках, а нашли свое применение исключительно в лабораторном оборудовании.

Внешний вид этого малоизвестно контактного элемента многими воспринимается как некоторый фильтр, который обязан иметь определенный срок службы в колонне. Однако это не так. Насадка - это теплообменник контактный наполнитель колонны, по которому вниз стекает чистый дистиллят, а вверх поднимается чистый пар. Таким образом, если оба этих компонента действительно не имеют в себе посторонних включений (в колонну не попадает пена из кубовой жидкости), то этот «фильтр» выполняет свои функции теплообмена неограниченно долго внутри колонны.

4.8. Пропускная способность колонны. Захлебывание колонны.

Какие бы контактные элементы не применялись в колонне, схема работы ректификационной колонны остается неизменной – флегма течет вниз, а пар движется вверх.

При таком движении фаз существует некоторая предельная скорость пара, при которой гравитационные силы, обеспечивающие движение флегмы вниз, не в состоянии преодолеть встречный скоростной напор пара. Т.е. при увеличении скорости пара флегма сначала замедляет свою скорость течения вниз, а затем просто останавливается (повисает в колонне) и начинает накапливаться в ее ректификационной части. Происходит **захлебывание колонны**.

Захлебывание колонны является нерасчетным режимом ее работы. В таком состоянии колонна может находиться не более 30...60 секунд. За это время флегма сначала заполняет внутреннюю полость ректификационной части колонны, потом дефлегматор, а затем происходит ее аварийный выброс из колонны через верхний штуцер дефлегматора. Захлебывание колонны легко наблюдать в большом смотровом стекле дефлегматора (как у РУМ-3 «КЛАССИК»), или можно определить по перепаду давления в колонне (как у РУМ-015), или можно отчетливо услышать как специфический «булькающий» шум в колонне. Чтобы избежать захлебывания ректификационной установки надо четко следовать рекомендациям по эксплуатации, изложенным в паспорте на каждую установку.

Предельную скорость пара определяют сами контактные элементы, загромождающие внутреннее сечение колонны. У разных контактных элементов есть своя предельная скорость спиртового пара в полном сечении колонны, которая находится в диапазоне 0,5...1,2 м/с. Это является и **максимальной пропускной способностью** колонны, которая обычно выражается массовым расходом пара (кг/час) через единицу площади полного сечения колонны (м²). Ее величина для разных контактных элементов находится в диапазоне 2000...7000(кг/ч)/м².

Колонну с теми или иными контактными элементами можно **«нагружать»** и меньшим потоком пара. Однако, максимальная эффективность многих контактных элементов (КПД тарелки и ВЕП насадки) реализуется при работе колонны вблизи состояния захлебывания. Поэтому все ректификационные колонны проектируют на рабочий режим, максимально приближенный к предельной пропускной способности колонны.

Массовый расход паров спирта (при теплоте парообразования СР 925кДж/кг), проходящий через колонну, полностью определяется мощностью, подведенной к испарительной емкости. Так, например, при технологической мощности в 1кВт будет образовываться следующее количество паров спирта в единицу времени:

$$M_{\partial} = \frac{1кВт}{925кДж} = 0,00108кг/с = 3,89кг/час.$$

Поэтому на этапе ректификации колонна нагружается только той **технологической мощностью (W_т)**, которая указана в паспорте на Вашу установку. Если Вы увеличите подводимую мощность, Вы увеличите количество испаренного спирта, а, следовательно, увеличите скорость его паров по колонне. В результате произойдет захлебывание колонны со всеми вытекающими отсюда последствиями.

Стоит отметить, что захлебывание колонны может наступить и при номинальной (правильной) технологической мощности, подведенной к испарительной емкости. Существуют только три причины такому нестандартному поведению колонны.

Первая причина – это или засорение нижней части колонны пеной, например, от бражки или переполнение испарительной емкости перерабатываемой жидкостью. Это является прямым нарушением инструкции по эксплуатации, о заполнении испарительной емкости.

Вторая причина - это повышенное напряжение в сети (более 230В), что приводит к увеличению тепловой мощности технологического ТЭНа.

Третья причина - это сильное понижение атмосферного давления или попытка эксплуатации колонны в высокогорной местности. На эту причину стоит обратить особое внимание.

4.9. Атмосферное давление и устойчивая работа колонны.

Работа колонны рассчитана на внутреннее давление в колонне 720...780мм.рт.ст. А т.к. колонна обязательно имеет связь с атмосферой через верхний штуцер дефлегматора, то это давление является и оптимальным атмосферным давлением для ее работы. Разберёмся, как атмосферное давление может влиять на работу колонны и как управлять работой колонны в высокогорной местности.

Как было указано в примере предыдущего раздела (о захлебывании колонны) 1кВт тепловой мощности испаряет 3,89кг/час паров спирта. Этот массовый расход пара при нормальном давлении 760мм.рт.ст. (плотность паров спирта – 1,6кг/м³) соответствует вполне определенному объемному расходу – 2,43м³/ч, который через полное сечение колонны (например, Ф30мм) проходит со скоростью 0,96м/с. Если атмосферное давление падает до 700мм.рт.ст., то плотность паров спирта уменьшается до 1,47кг/м³, объёмный расход пара возрастает до 2,64м³/ч, и, соответственно, увеличивается его скорость в полном сечении колонны до 1,04м/с. Если эта скорость является предельной, то произойдёт захлебывание колонны.

При увеличении атмосферного давления наоборот происходит уменьшение скорости спиртовых паров, что несколько снижает эффективность разделения колонны, но это легко компенсируется регулировкой флегмового числа (см.ниже).

При проектировании колонн закладываются определенные «запасы» в ее конструкцию для обеспечения устойчивой и оптимальной работы колонны с учетом точности изготовления контактных элементов, технологических ТЭНов (разбросов их мощности) возможного изменения атмосферного давления и прочее. Однако каждая ректификационная колонна обладает некоторой «индивидуальностью» и «норовом», которые Вам необходимо почувствовать и правильно использовать.

Если порог захлебывания по атмосферному давлению Вашего конкретного экземпляра колонны лежит существенно ниже минимально- возможного давления в Вашей местности, Вы можете никогда не столкнуться с этой проблемой. Если такое будет изредка происходить, то можно рекомендовать Вам не проводить ректификацию в дни очень низкого атмосферного давления.

Если эксплуатация ректификационной колонны будет происходить только в высокогорной местности, то необходимо использовать ЛАТР (лабораторный автотрансформатор регулируемый) или любой другой регулятор напряжения для управления темпом испарения кубовой жидкости.

4.10. Перепад давления в колонне и как его измерять.

При расчетном режиме работы колонны внутренние контактные элементы оказывают расчетное сопротивление движению паров спирта по колонне. Т.е. в нижней части колонны

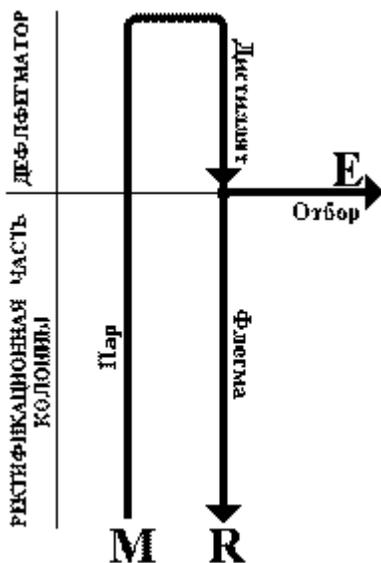
давление выше, чем в верхней ее части (дефлегматоре). А поскольку давление в дефлегматоре равно атмосферному, то обычно говорят о **перепаде давления на колонне ΔP** .

Величину этого ΔP (сопротивления) легко наблюдать по высоте столба жидкости в специальной манометрической трубочке, расположенной в нижней части колонны (см. рис.6). Если колонна не работает, то жидкость в этой трубочке находится на нижнем уровне. Стоит вывести колонну на рабочий режим, давление внизу колонны возрастет, и столбик жидкости, уравнивая перепад ΔP , поднимется на определенную высоту **H**, связанную с перепадом соотношением $\Delta P = \rho g H$ (где: ρ – плотность жидкости, $g = 9.81 \text{ м/с}^2$). При нормальной работе колонны столбик жидкости должен находиться на определенной и постоянной высоте **H**. Величина этого перепада давления – высота столбика жидкости указывается в паспорте на каждую ректификационную установку и для самой высокой установки РУМ-3 не превышает 350мм.

С помощью этого столбика очень удобно устанавливать расчетную мощность, подводимую к испарительной емкости, т.е. можно четко устанавливать оптимальную нагрузку на колонну по указанному в паспорте перепаду давления.

С помощью этого «измерительного прибора» можно легко определить момент захлебывания колонны. Столбик жидкости в манометрической трубочке в момент захлебывания колонны начинает быстро расти из-за накопления флегмы внутри колонны, которая мгновенно увеличивает сопротивление движению пара.

4.11. Флегмовое число и как правильно его установить.



На рис.8 изображены основные массовые потоки в ректификационной колонне. Испаренный в кубе пар $M_n=M$ проходит по ректификационной части колонны вверх, полностью конденсируется в дефлегматоре, и превращается в дистиллят $M_d=M$. Часть этого дистиллята **E** отбирают, а другая его часть возвращается обратно в колонну и называется флегмой **R**. Еще говорят, что флегма отправляется обратно в колонну для **орошения** (смачивания) ее контактных элементов.

Стоит отметить, что $M = R + E$.

Флегмовое число: $V=R/E$ - это отношение количества флегмы **R**, возвращаемой в колонну, к количеству отбираемого дистиллята **E**.

Если отбора спирта нет $E=0$, то весь дистиллят в виде флегмы $R=M$ возвращается обратно в колонну. Тогда говорят, что колонна работает сама на себя, а флегмовое число колонны в таком состоянии равно бесконечности - $V=\infty$. В таком состоянии колонна обладает максимальной разделительной способностью, и количество теоретических тарелок в ней возрастает.

Если полностью открыть отбор $E=M$, то возврата флегмы в колонну не будет $R=0$. Тогда флегмовое число равно нулю. В этом случае, из-за отсутствия флегмы в колонне ее контактные элементы полностью «иссушаются», тепломассообменные процессы прекращаются, и ректификационная колонна превращается в обычный "самогонный аппарат". Естественно это превращение является временным и обратимым - без физических нарушений в колонне.

Для получения качественного спирта флегмовое число должно быть не менее $V \geq 3$. Это означает, что из 4-х частей дистиллята, образующегося в дефлегматоре, только 1 часть можно отобрать, а 3 части необходимо отправить обратно в колонну для орошения ее контактных элементов. Только в этом случае не произойдет нарушения тепломассообменных процессов в колонне.

$$E_{\max} = \frac{1}{4}M.$$

Помните!, что уменьшая отбор спирта, Вы улучшаете его качество.

Если флегмовое число настолько значимо для правильной работы колонны, то хотелось бы дать четкую и простую рекомендацию для его установки с помощью регулятора отбора.

ПРАВИЛО ОТБОРА:

Вариант 1 (основной):

С помощью секундомера и мерного цилиндра установите рекомендованный в паспорте отбор.

Вариант 2 (проверочный для любой фракции):

Отбор был выбран правильно, если через 2-3 мин после его прекращения температура в колонне не уменьшилась.

4.12. Мощность, производительность, резервы и название установок.

На этапе ректификации к колонне должна подводиться только та технологическая мощность (W_T), которая указана в паспорте на Вашу установку. В этом случае колонна работает без захлебывания и обеспечивает максимальную эффективность разделения.

Так, например, при технологической мощности в 1кВт теоретически будет испаряться вполне определенное количество спиртовых паров:

$$Mn = \frac{1кВт}{925кДж/кг} = 0,00108кг/с = 3,89кг/час$$

после конденсации этих паров в дефлегматоре образуется 4,86л/час дистиллята.

Для реализации процесса ректификации, как было отмечено выше, мы можем теоретически отбирать только $\frac{1}{4}$ часть всего дистиллята, образующегося в дефлегматоре, что составляет $E_{\max} = 1,2$ л/час. Эта величина и является предельной теоретической производительностью установки на спиртовом режиме при подводимой мощности в 1кВт.

Наша фирма несколько занижает значение теоретической производительности и рекомендует для гарантированного получения положительного результата делать отбор не более $E_{ном} = 1$ л/час. Это связано с тем, что не вся тепловая технологическая мощность работает на парообразование, поскольку существуют тепловые потери. Эти потери, в основном, связаны с размером испарительной емкости и обычно не превышают 10...15%. Однако, если сильно увеличить объем испарительной емкости, то эти потери могут превзойти наш 20%-ый резерв по производительности.

Таким образом, для Вашей колонны существует вполне определенная технологическая мощность и вполне определенный регламентированный процессом ректификации отбор. Отсюда следует **ПРАВИЛО ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ:**

1кВт технологической мощности может давать только 1л/час качественного спирта-ректификата.

Это правило и отразилось в названиях наших установок, т.к. проверка и отработка нашего универсального оборудования ведется на этой типовой и наиболее изученной жидкости – этиловом спирте.

5. Практика ректификации спирта

Как уже отмечалось, в примесях находящихся в бражке, обнаружено около 70 разнообразных компонентов: кислоты, ацетоны, эфиры, альдегиды, легкие и тяжелые спирты, сивушные масла и т.д. Примеси образуются в момент приготовления сула, но более всего накапливаются при брожении, а при перегонке бражки почти полностью попадают в СС.

Основная задача ректификации – это четкое отделение примесей от спирта-ректификата.

Количество примесей в обезвоженном дистилляте (то есть в дистилляте за вычетом воды) обычно не превышает 6%. Конкретное количество «отходов» обычно зависит от точности соблюдения технологии приготовления бражки. Многие из этих примесей трудно отделимы от СР, и только **правильная** работа на ректификационном оборудовании позволяет избавиться от них в товарной части спирта-ректификата.

С практической точки зрения все существующие в СС примеси (упомянутые ранее 6%) можно разделить на две группы по отношению к температуре кипения СР ($t_{\text{кип}} = 78,15^{\circ}\text{C}$ при 760мм.рт.ст.):

- головные ($\approx 2.5\%$);
- хвостовые ($\approx 3.5\%$).

К головным примесям относятся все вещества, имеющие температуру кипения меньше $78,15^{\circ}\text{C}$ и предшествующие (по времени процесса ректификации) появлению СР из ректификационной колонны. Именно эти примеси занимают первую (головную) очередь на отбор из ректификационной колонны и именно за ними встает в свою очередь СР. Среди этих веществ наиболее известными являются метиловый спирт ($t_{\text{кип}}=64,7^{\circ}\text{C}$) и альдегидная группа примесей, у которой $t_{\text{кип}}$ несколько меньше, но очень близка к $t_{\text{кип}}$ СР.

К хвостовым примесям относятся все вещества, имеющие температуру кипения больше $78,15^{\circ}\text{C}$, эти вещества отгоняются сразу после СР. Именно они занимают свое место в хвосте общей очереди за СР. Среди этих веществ наиболее известной является группа сивушных масел ($t_{\text{кип}}$ несколько больше, но очень близка к $t_{\text{кип}}$ СР).

5.1. Подготовка колонны к работе.

- а) Соберите ректификационную установку так, как указано в ее паспорте.
- б) Для дистилляции заполните испарительную ёмкость на 2/3 своего объема бражкой, если перегонку проводите с помощью ректификационной колонны.

Для ректификации заполните испарительную ёмкость на 3/4 своего объема спиртом-сырцом, при крепости не более 35-45%,(в случае работы на РУМ-015-100 ёмкость заполнять на 2/3 объема).

- в) Перекройте отбор.
- г) Проверьте герметичность сборки.
- д) Включите поток охлаждающей воды.
- е) Включите нагрев кубовой жидкости.

Полное время подготовки колонны к работе занимает обычно не более 5-20 мин и зависит от подготавливаемой к работе модели, навыка и готовности всего оборудования к работе (места подключения установки к электросети и сети водяного охлаждения).

5.2. Предварительные расчеты.

Очень удобно перед началом работы на ректификационной колонне (пока идет разогрев кубовой жидкости) сделать предварительный расчет будущих (ожидаемых) результатов. Эти расчеты являются некоторым приблизительным планом работ при ректификации и будут

естественным образом (по показанию термометра, запаху) корректироваться Вами. Этот план работ поможет определить моменты Вашего присутствия около колонны и укажет приблизительное количество получаемых фракций.

Пример предварительного расчета для условной РУМ-1. Рабочий объем 10л. В испарительной емкости установлен технологический ТЭН мощностью $W_T=1\text{кВт}$.

Дано:

Установка..... РУМ-1
 Объем спирта-сырца..... 10л
 Концентрация спирта в СС..... 40%

Необходимо определить:

- 1) Время разогрева кубовой жидкости до кипения
- 2) Полное время ректификации и количество получаемых фракций

Расчет:

1) Разогрев кубовой жидкости до кипения осуществляется с помощью установленной мощности $W_y=1\text{кВт}$ от температуры 20°C до 95°C . Теплоемкость СС очень близка к теплоемкости воды $4,2\text{кДж}/(\text{кг}\cdot\text{град})$;

Время нагревания $= (10\text{л} \cdot 4,2\text{кДж}/(\text{л}\cdot\text{град}) \cdot (95-20)\text{град}) / (1\text{кВт}) = 3150\text{сек} \approx 50\text{мин}$

2) Ректификация.

В 10л 40%-го спирта-сырца содержится $10\text{л} \cdot 0,4 = 4\text{л} = 4000\text{мл}$ обезвоженного дистиллята. Пусть в этом дистилляте существует следующее распределение по фракциям (точное распределение зависит от качества исходного спирта-сырца и это выясняется только после правильной ректификации):

Состав по фракциям			Средний темп отбора			Время выделения фракции		
Название	%	мл	%	мл/ч	мл/мин	ч	мин	ч:мин
«голова»	2,5	100	30	300	5,0	0,3	20	0:20
спирт	94	3760	100	1000	16,6	3,76	225	3:45
«хвост»	3,5	140	100	1000	16,6	0,14	10	0:10

Полное время ректификации = подготовка + разогрев + «голова» + спирт + «хвост» =
 $= 15\text{мин} + 50\text{мин} + 20\text{мин} + 3\text{ч}45\text{мин} + 10\text{мин} = 5\text{ч}20\text{мин} = 5,3\text{ч}$,

за которые получается 3760мл чистого спирта-ректификата со средней производительностью $3,76\text{л}/5,3\text{ч} \approx 0,71\text{л}/\text{ч}$.

Пользуясь этим примером можно попутно рассчитать удельную суточную производительность установки РУМ-1 от спирта-сырца до ректификата

Суточная производительность = $0,71\text{л}/\text{ч} \cdot 24\text{ч} \approx 17\text{л}/\text{сут}$.

5.3. Процесс ректификации.

Процесс ректификации контролируется и регулируется по показанию термометра. Типовая зависимость изменения температуры t по времени представлена на рис.9, с указанием пяти периодов:

Обоз-ние	Название периода ректификации	Мощность	Отбор
А	нагревание	W_y	$E=0$
Б	стабилизация	W_y	$E=0$
В	отбор головных фракций	W_T	30% от $E_{\text{ном}}$
Г	отбор фракции пищевого спирта	W_T	$E_{\text{ном}}$
Д	отбор хвостовых фракций (остатка)	W_T	$E_{\text{ном}}$

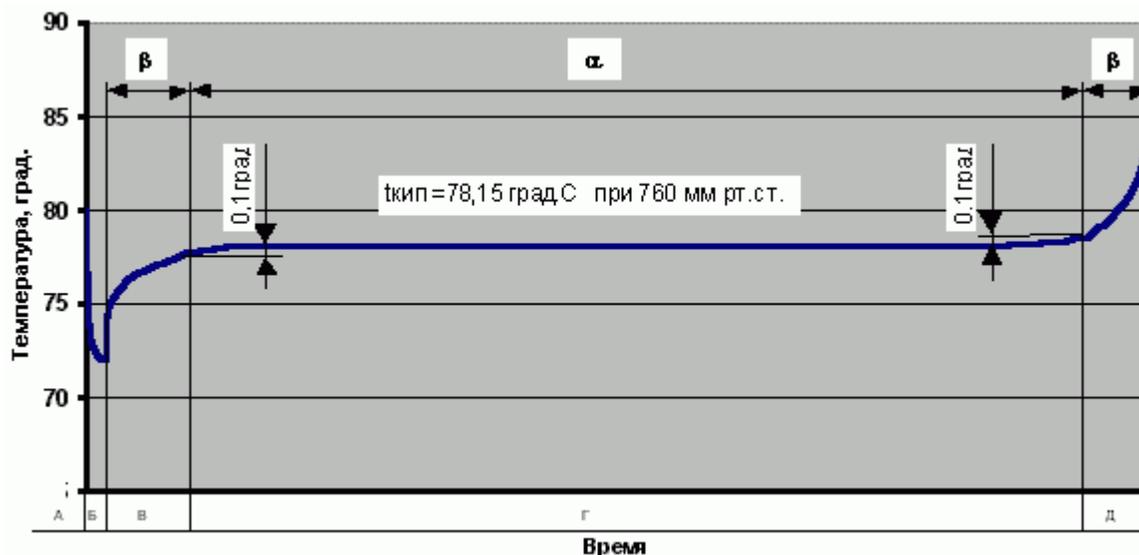


Рис.9 Изменение температуры при ректификации спирта.

А) Нагревание.

СС в испарительной емкости нагревается всеми установленными в ней ТЭНами суммарной мощности – W_y . Через некоторое время СС в кубе закипает, и начинается постепенный прогрев колонны поднимающимся вверх паром. В этот момент необходимо сразу перейти на технологическую мощность W_T , указанную в паспорте установки.

Если такое переключение не произвести, то через несколько секунд колонна захлебывается. ПОМНИТЕ, что в этом состоянии колонна может находиться не более 30-60 секунд, иначе произойдет переполнение колонны и дефлегматора дистиллятом и начнется его аварийный сброс через верхний штуцер дефлегматора наружу. Если Вы всё же упустили момент начала кипения, и колонна захлебнулась, то Вам придется смириться с потерями спирта, и выключить колонну. Затем дождитесь прекращения процесса захлебывания и включите W_T .

После прогрева колонны наблюдается скачок температуры, отмечаемый термометром.

Б) Стабилизация.

Колонна работает на технологической мощности W_T . Отбор перекрыт $E=0$. Колонна работает сама на себя, флегмовое число $V=\infty$. Наблюдая показания термометра, дождитесь уменьшения температуры и ее стабилизации на самом минимальном уровне.

В этот момент проходит процесс разделения и накопления головных (легкокипящих) фракций в верхней части колонны. Через 10-15 минут этот процесс завершается, и температура в верхней части колонны достигает своего минимального значения и стабилизируется на 3-5°C ниже ожидаемой температуры кипения СР. Величина этой разницы зависит от состава и количества легкокипящих фракций, находящихся в СС. Ожидаемую температуру кипения СР t_c можно определить по атмосферному давлению в данный момент с помощью графика на рис.3.

Если у Вас нет термометра, то просто дайте колонне поработать самой на себя 15 минут. Если этот процесс затянется на большее время, то это будет только лучше. Вы точнее сможете отделить все головные примеси, накопившиеся к этому моменту в колонне.

Если Вы работаете с электронным компаратором температур, то можно более точно определить момент окончания стабилизации колонны по разности температур.

В) Отбор головных фракций.

Отбор головных фракций необходимо проводить как можно медленнее (с большим флегмовым числом). Медленный отбор не «размазывает» фракцию по колонне и не захватывает с собой следующие за ней фракции. Ввиду малого количества, но большого разнообразия веществ в головной фракции, эта часть дистиллята фактически является одним большим переходным участком (β на рис.7) от множества головных примесей к чистому СР.

Для правильной организации отбора на этом сложном периоде ректификации можно рекомендовать следующий подход , состоящий в разбивке этапа «В» , на следующие друг за другом три равных по времени промежутка (абсолютные величины времени и отбора указаны для примера условной РУМ-1).

Промежуток «В»	Длительность		Отбор		
	%	мин	%	мл/ч	мл/мин
начальный	33	7	10% $E_{ном}$	100	1,66
средний	33	7	30% $E_{ном}$	300	5
переходной	33	7	50% $E_{ном}$	500	8,3

Такая схема организации отбора головных фракций гарантирует Вам:

- полное выделение головных фракций из куба, и их полное отсутствие в следующей за ними пищевой фракции СР;
- минимальный объем головной фракции и отсутствие в ней пищевой фракции СР;
- подход к основной фракции СР с малой 50% -ой производительностью.

Этот период завершается достижением температуры, на $0,1-0,05^{\circ}\text{C}$ меньшей t_c . Условно считается, что количество легкокипящих примесей, находящихся в этот момент в СР и вызывающих такое понижение температуры кипения СР, соответствует допустимым пищевым нормам.

На практике самым точным прибором для принятия решения об окончании периода отбора головных фракций и начала отбора пищевого СР является обычный «человеческий нос».

Контроль получаемого дистиллята по запаху проводят следующим образом:

- *накапайте несколько капель отбираемого дистиллята на ладонь;*
- *разотрите эту лужицу по всей поверхности ладони;*
- *поднесите ладонь к лицу и вдохните носом испарившийся с ладони дистиллят.*

Такой мгновенный и достаточно точный анализ всегда будет Вам некоторым подспорьем при ректификации спирта.

Общее количество головных фракций, полученных за этот период, составляет 1...3% от ожидаемого количества спирта и зависит от качества исходного сырья. **СЛЕДУЕТ ПОМНИТЬ!**, что полученный при отгонке головных фракций дистиллят не является пищевым продуктом, так как состоит, в основном, из эфиров, ацетонов, альдегидов и других ядовитых веществ, и может быть использован **ТОЛЬКО** для технических нужд, например, в качестве растворителя.

Г) Отбор фракции пищевого спирта.

Установим новую, чистую и большую по объему приемную емкость. Увеличим отбор до $E_{ном}$ (для условной РУМ-1 это $1\text{л/ч}=16,6\text{мл/мин}$), который сохранится до конца всего процесса ректификации. Проверим этот отбор с помощью секундомера и мерного цилиндра. Через 5-10мин проконтролируем показания термометра. Если все было сделано правильно, то показания термометра не изменятся. Причем эта температура останется неизменной в течение всего периода отбора пищевой фракции.

Получаемый с этого момента СР является высококачественным пищевым продуктом. Однако, его состав (неотличимый многими даже по запаху) постепенно меняется и может быть разделен на три части:

- первые 5% общего объема СР еще будут содержать в себе следы головных фракций (для условной РУМ-1 это ≈ 200 мл);
- центральная часть - порядка 80% общего объема СР будут абсолютно чистыми (для условной РУМ-1 это ≈ 3360 мл);
- и 5% общего объема СР перед окончанием этого режима начнут приобретать следы хвостовых фракций (для условной РУМ-1 это ≈ 200 мл).

Учитывая последнее замечание, можно рекомендовать для отбора пищевой фракции приготовить две отдельные помеченные ёмкости, которые использовать для отбора первой 10% -ой и последней 10%-ой порции СР.

При получении центральной части СР можно подобрать максимальный отбор E_{\max} (флегмовое число близко к $V=2,5$). Значение E_{\max} в основном зависит от качества перерабатываемого СС, поэтому требуется его уточнение при каждой ректификации. Однако, поиск и уточнение его можно рекомендовать только после полного освоения процесса ректификации по данной инструкции. Для нахождения E_{\max} необходимо пользоваться вторым вариантом правила отбора.

Но помните - чем меньше отбор тем выше качество!

На этом режиме ректификации не требуется постоянного присутствия около аппарата, а приемные емкости заменяются по мере их наполнения.

При получении третьей части пищевого СР рекомендуется пользоваться промежуточной емкостью, из которой периодически, предварительно убедившись в соответствии показания термометра температуре кипения СР, переливать спирт в основную емкость.

Такой прием позволяет в случае, если будет упущен момент повышения температуры (поступление СР с большей концентрацией тяжелых спиртов и сивушных масел), не допустить попадания «плохого» спирта в «хороший».

Отбор СР завершается при достижении температуры на $0,1 \dots 0,05^\circ\text{C}$ выше температуры t_c . Условно считается, что количество тяжелокипящих примесей, находящихся в этот момент в СР и вызывающих такое повышение температуры кипения, соответствует допустимым пищевым нормам.

Приближение и окончание этого момента можно "предугадать" по уже произведенному количеству СР (для условной РУМ-1 это ≈ 3760 мл) или по запаху его последней порции.

Д) Отбор хвостовых фракций (остатка).

Заменяем приемную емкость или оставляем промежуточную (в которую уже упущен «хвост»). Настройку колонны не изменяем – мощность W_T ; отбор $E_{\text{ном}}$.

Процесс отбора остатка завершается при достижении уровня температуры порядка $82 \dots 85^\circ\text{C}$, или прекращается по контролю запаха.

ВНИМАНИЕ! Отобранный остаток содержит еще достаточное количество этилового спирта. Его можно считать особым СС с большим содержанием примесей сивушных масел и тяжелых спиртов. Он также как и СС не является пищевым продуктом, поэтому применять его для пищевых целей категорически запрещается. Полученный остаток можно повторно переработать с новой порцией СС. Или, что более предпочтительно, произвести его ректификацию отдельно, предварительно накопив $10 \dots 20$ остатков (не менее 30% объема испарительной емкости).

5.4. Повторная ректификация.

Повторная ректификация проводится только в следующих случаях:

а) есть необходимость получить спирты типа "Экстра" и "Люкс" с наименьшим содержанием примесей из очень плохого исходного сырья;

б) неудовлетворительное качество СР, полученного при первой ректификации (причины: несоблюдение рекомендаций данной инструкции в процессе обучения).

Для проведения повторной ректификации необходимо весь пищевой СР (а в случае его очень низкого качества только его центральную часть), предварительно разбавив водой до концентрации 40-45%, залить в хорошо вымытую испарительную емкость и повторить ректификацию как указано в разделе 5.

Примечание к разделу 5

Наверно Вы обратили внимание, что крепость СС, используемого для проведения процесса ректификации, рекомендована в пределах 35-45%. Именно при этой концентрации СС обеспечивается наивысшее качество получаемого СР.

Не увеличивайте эту концентрацию!

Указанная крепость СС может быть достигнута и при обычной (прямой) перегонке бражки на простейших перегонных аппаратах. Таким образом, если у Вас уже имеется такое устройство, то очень удобно использовать РУМ только для ректификации, а СС получать на Вашем аппарате. Это существенно повысит их совместную производительность, не уменьшив качество конечного продукта.

6. Химическая обработка бражки и спирта-сырца.

А) химическая обработка бражки.

При соблюдении технологии приготовления бражки сусло постепенно увеличивает свою кислотность в процессе брожения - и это нормально. В этом случае не требуется какая-либо химическая обработка.

Иногда кислотность бражки может повыситься сверх нормы. Это может произойти в силу разнообразных причин, связанных с нарушением технологии:

- не была проведена стерилизация сусла, и процесс брожения «захватили» дикие дрожжи;
- по случайности резко понизилась температура в помещении, и бражка остыла и «остановилась» и ее брожение перешло в уксусное.

В таких случаях перед перегонкой рекомендуется искусственно понизить кислотность с помощью щелочей. Если такую обработку не провести, то в процессе нагревания в бражке резко усиливаются химические реакции, которые могут стать (а могут и не стать) причиной образования новых сопутствующих примесей, влияющих на чистоту СР.

Б) химическая обработка спирта-сырца.

Если все предыдущие действия были правильными, то химическая обработка спирта-сырца не требуется.

Если спирт-сырец получен из фруктового сырья (плохое вино) или были допущены ошибки в предыдущих действиях (об этом Вы можете узнать только после правильной ректификации), то следует провести химическую обработку спирта-сырца. Точные данные для этой процедуры можно получить только после очень точных и тонких анализов сырья. Мы можем дать только общие рекомендации, изложенные в наших инструкциях.

ОБЩЕЕ ЗАМЕЧАНИЕ – лучше соблюдать предыдущую технологию, чем «увлекаться» химической обработкой.

Основная задача этой обработки - нейтрализации кислот в СС и проведение реакций этерификации в результате которых некоторые кислоты и спирты, имеющие летучесть близкую к ЭС, переходят в более летучие (эфир) и менее летучие (тяжелые спирты) химические соединения, что существенно повышает качество СР в процессе ректификации.

Для этого в СС добавляют 1...2 г/л щелочи (КОН или NaOH), предварительно разведя их в небольшом количестве воды. Обычно такой обработки оказывается достаточно для начала ректификации.

В случае очень плохого качества СС (к сожалению это выясняется только после проведения процесса ректификации) проводят его дополнительную обработку марганцовокислым калием (марганцовкой), который, предварительно разведя в небольшом количестве воды, добавляют в СС в количестве 1,5...2 г на каждый литр спирта, находящейся в СС. Раствор тщательно перемешивают и оставляют в течение 15...20 минут для завершения химической реакции. После этого снова добавляют щелочь (в прежнем количестве) и оставляют для осветления на 8...12 часов. Затем СС фильтруют и проводят ректификацию.

7. Проверка качества спирта.

Проверка качества спирта включает следующие испытания:

Определение цвета и прозрачности.

В чистый сухой цилиндр из бесцветного и прозрачного стекла емкостью 100-150 мл наливают испытуемый спирт и в проходящем рассеянном свете наблюдают цвет, оттенок и наличие в спирте механических примесей.

Определение запаха и вкуса.

Небольшое количество испытуемого спирта помещают в сосуд с хорошо закрывающейся пробкой, разбавляют 2,5...3,0 объемами холодной питьевой воды и тотчас же после предварительного сильного перемешивания производят испытание на запах и вкус.

Определение содержания этилового спирта (крепости).

Концентрацию спирта определяют обязательно при 20°C спиртометром (АСП 95-105, АСП-2 96-101, спиртометром с термометром АСПТ 60-100% или денсиметром N16 0,76-0,82).

Проба на чистоту.

10 мл испытуемого спирта наливают в узкогорлую колбу емкостью 70мл и быстро прибавляют в 3...4 приема при постоянном взбалтывании 10 мл серной кислоты (плотность 1,835). Полученную смесь тотчас же нагревают на спиртовке, дающей пламя высотой 4...5 см и диаметром в нижней широкой части около 1 см. Во время нагревания жидкость в колбе все время вращают так, чтобы огонь не касался колбы выше границы нагреваемой жидкости. Нагревание смеси прекращают, когда пузырьки выходят на поверхность жидкости, образуя пену; процесс нагревания длится 30...40 секунд, после чего смеси дают возможность спокойно остыть. После охлаждения смесь в колбе должна быть совершенно бесцветной.

Для точности испытания содержимое колбы переливают (после охлаждения) в специальный цилиндр (пробирку) с притертой пробкой и, пользуясь штатив-камерой, наблюдают окраску смеси, сравнивая со спиртом, а также кислотой, взятыми в равных объемах и налитыми в отдельные цилиндры (пробирки) такого же размера и качества стекла. Результат испытания признается положительным, если смесь окажется такой же бесцветной, как спирт и кислота.

Проба на окисляемость.

Цилиндр с притертой пробкой и меткой 50 мл ополаскивают спиртом, наполняют этим же спиртом до метки и погружают на 10 минут в воду, имеющую температуру 15°C, налитую в стеклянную ванну выше уровня спирта в цилиндре. Затем в цилиндр прибавляют 1 мл раствора марганцевокислого калия (раствор 0,2г в 1 л воды), закрывают цилиндр пробкой и, перемешав жидкость, вновь погружают в ванну с водой.

При стоянии красно-фиолетовая окраска смеси постепенно изменяется и достигает окраски специального типового раствора, появление которой принимается за конец испытания.

Для наблюдения за изменением окраски испытуемой смеси под цилиндр подкладывают лист белой бумаги. Время, в течение которого происходит реакция окисления, выражается в минутах. Результат испытаний признается положительным, если окраска сохраняется в течение 20 минут.

Определение содержания фурфурола.

В цилиндр с притертой пробкой емкостью 10 мл приливают с помощью капельницы 10 капель чистого анилина, 3 капли соляной кислоты (плотность 1,1885кг/л) и объем доводят до метки испытуемым спиртом.

Если в течение 10 минут раствор остается бесцветным, считают, что спирт выдержал испытание. Появление красного окрашивания характеризует наличие фурфурола.