

Южно-Казахстанская государственная
фармацевтическая академия

Презентация

На тему: Основы ректификации. Принцип работы ректификационной колонны и их строение. Получение и применение абсолютного и ректификатного спирта

Выполнил: Толеш Н
Группа: 302 ТФПК
Приняла: Бакытжанова А

Шымкент, 2017 г

План

1 Введение

2 Основная часть

Применение спирта

Ректификация спирта

Работа ректификационной колонны

Свойства ректификационной колонны


Схема ректификационной колонны

3 Заключение

4 Литература

Ректификация (от лат. *rectus* — *прямой* и *facio* — *делаю*) — это процесс разделения двойных или многокомпонентных смесей за счёт противоточного массо- и теплообмена между паром и жидкостью. Ректификация — разделение жидких смесей на практически чистые компоненты, отличающиеся температурами кипения, путём многократных испарений жидкости и конденсации паров.

Проводят ректификацию в башенных колонных аппаратах, снабжённых контактными устройствами (тарелками или насадкой) — ректификационных колоннах, в которых осуществляется многократный контакт между потоками паровой и жидкой фаз. Движущая сила ректификации — отличие фактической (рабочей) концентраций компонентов в паровой фазе от равновесной для данного состава жидкой фазы. Парожидкостная система стремится к достижению равновесного состояния. При контакте с жидкостью пар обогащается легколетучими (низкокипящими) компонентами — ЛЛК, а жидкость — труднолетучими (высококипящими) компонентами — ТЛК. Жидкость и пар движутся, как правило, противотоком: пар — вверх, жидкость — вниз, поэтому при достаточно большой высоте колонны в её верхней части можно получить практически чистый целевой компонент.




В зависимости от температур кипения разделяемых жидкостей ректификацию проводят под разным давлением: атмосферным для кипящих при 30-150 °С, выше атмосферного для жидкостей с низкими температурами кипения, например, сжиженных газов, в вакууме для снижения температур кипения высококипящих. Ректификацию можно осуществлять непрерывно или периодически. Колонны для непрерывной ректификации состоят из двух ступеней: верхней — укрепляющей, где пар «укрепляется» — обогащается ЛЛК, и нижней — исчерпывающей, где жидкая смесь исчерпывается — из неё извлекаются ЛЛК и она обогащается ТЛК. При периодической ректификации в колонне производится только укрепление пара. Различают ректификацию бинарных (двухкомпонентных) и многокомпонентных смесей.

Применение


Ректификацию широко применяют в промышленности, например, для получения ректифицированного этилового спирта, с отделением сивушных масел и альдегидных фракций, для выделения бензинов, керосинов и других фракций из нефти, а также получения компонентов воздуха (кислорода, азота, инертных газов).



Ректификационные колонны разделения углеводородных фракций на Тобольск-Нефтехим




Теория ректификации спирта и принцип работы ректификационной колонны

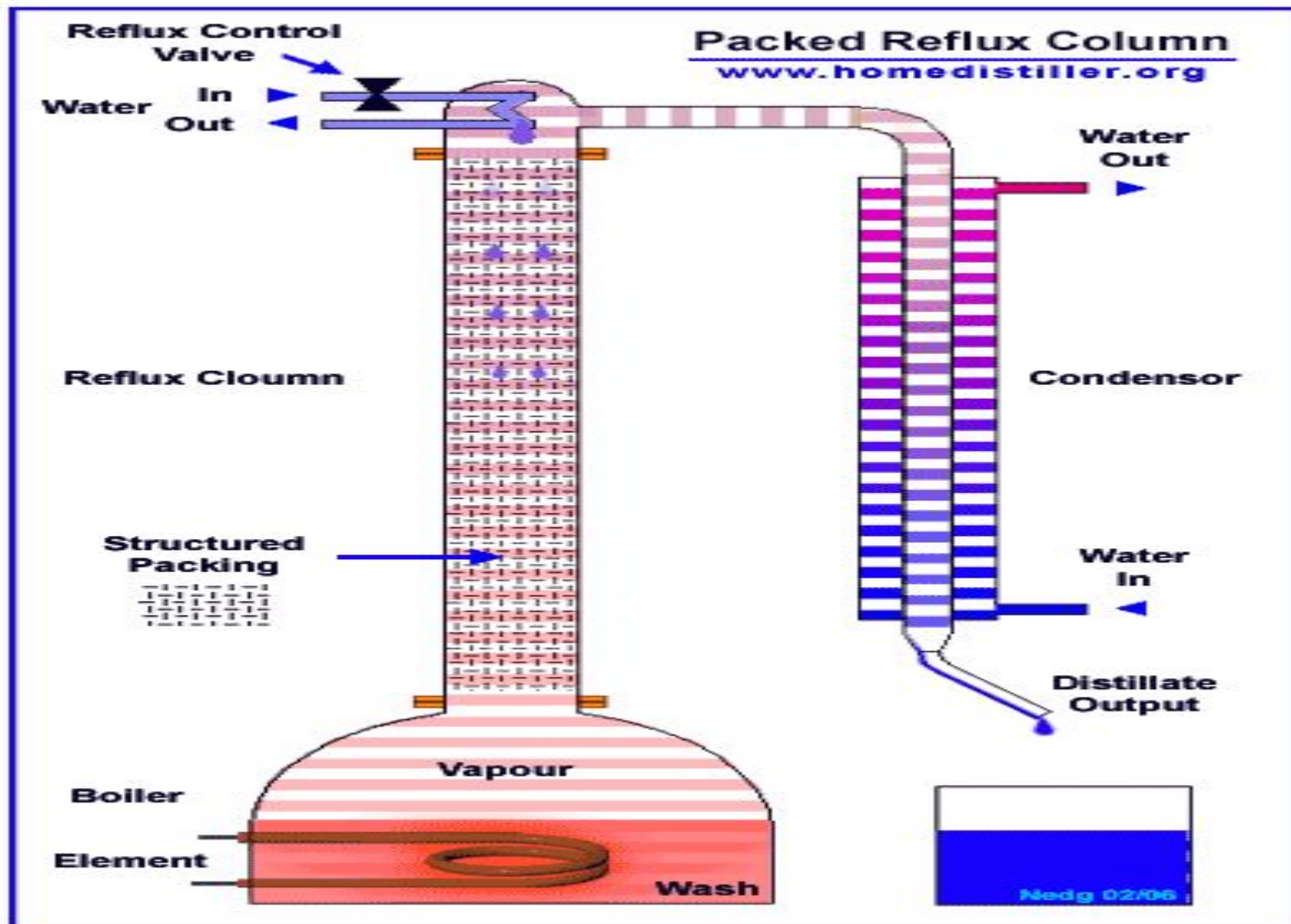


Ректификация спирта – разделение многокомпонентной спиртосодержащей смеси на чистые фракции (этиловый и метиловый спирты, воду, сивушные масла, альдегиды и другие), имеющие разную температуру кипения, путем многократного испарения жидкости и конденсации пара на контактных устройствах (тарелках или насадках) в специальных противоточных башенных аппаратах.







С физической точки зрения ректификация возможна, поскольку изначально концентрация отдельных компонентов смеси в паровой и жидкой фазах отличается, но система стремится к равновесию — одинаковому давлению, температуре и концентрации всех веществ в каждой фазе. При контакте с жидкостью пар обогащается легколетучими (низкокипящими) компонентами, в свою очередь, жидкость — труднолетучими (высококипящими). Одновременно с обогащением происходит обмен теплом.



Принципиальная схема



Момент контакта (взаимодействия потоков) пара и жидкости называется процессом тепломассообмена.




Благодаря разной направленности движений (пар поднимается вверх, а жидкость стекает вниз), после достижения системой равновесия в верхней части ректификационной колонны можно по отдельности отобрать практически чистые компоненты, входившие в состав смеси. Сначала выходят вещества с более низкой температурой кипения (альдегиды, эфиры и спирты), потом — с высокой (сивушные масла).

Состояние равновесия

Появляется на самой границе разделения фаз. Достигается только при одновременном соблюдении двух условий:

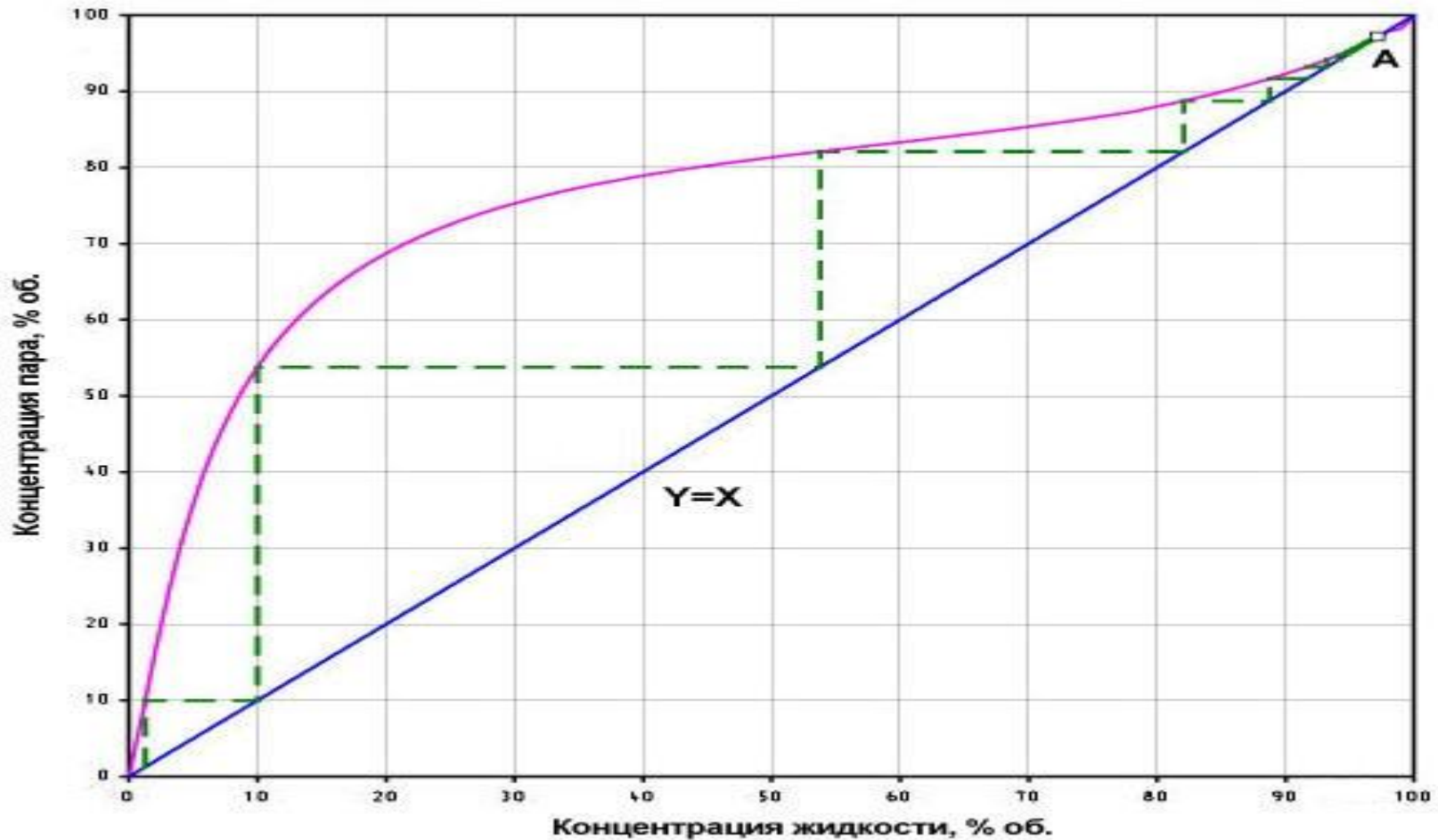
Равное давление каждого отдельно взятого компонента смеси.

Температура и концентрация веществ в обеих фазах (паровой и жидкой) одинакова.




Чем чаще система приходит
в равновесие, тем
эффективнее тепломасообмен
и разделение смеси на
отдельные составляющие.


Разница между дистилляцией и ректификацией




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



Как видно на графике, из 10% спиртового раствора (браги) можно получить самогон 40%, а при второй перегонке этой смеси выйдет 60-градусный дистиллят, при третьей – 70%. Возможны следующие интервалы: 10-40; 40-60; 60-70; 70-75 и так далее до максимума – 96%.




Теоретически, чтобы получить чистый спирт, требуется 9-10 последовательных дистилляций на самогонном аппарате. На практике перегонять спиртосодержащие жидкости концентрацией выше 20-30% взрывоопасно, к тому же из-за больших затрат энергии и времени экономически невыгодно.



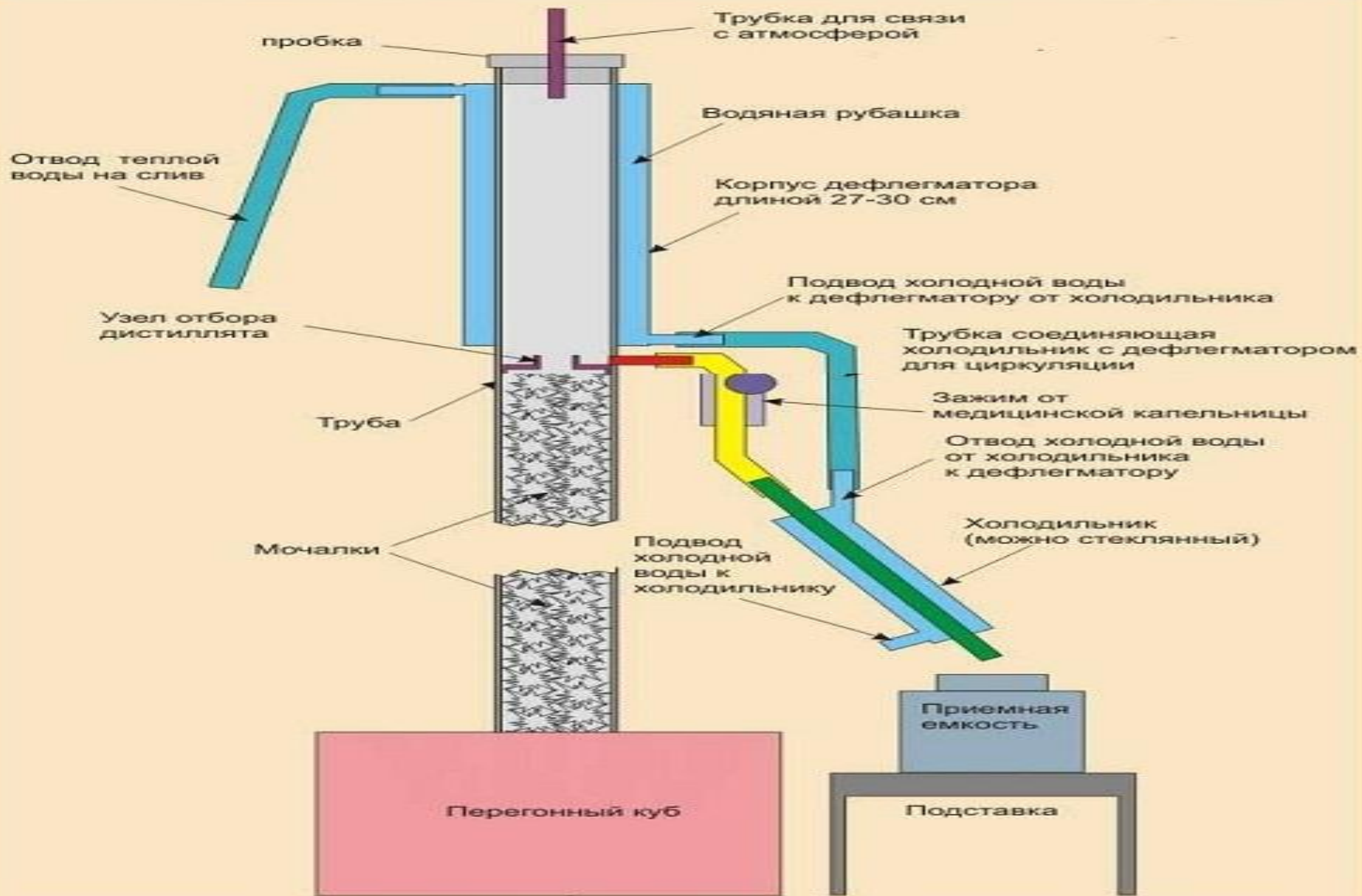
С этой точки зрения, ректификация спирта — это минимум 9-10 одновременных, ступенчатых дистилляций, которые происходят на разных контактных элементах колонны (насадках или тарелках) по всей высоте.

Работа ректификационной колонны

Ректификационная колонна – устройство, предназначенное для разделения многокомпонентной жидкой смеси на отдельные фракции по температуре кипения. Представляет собой цилиндр постоянного или переменного сечения, внутри которого находятся контактные элементы – тарелки или насадки.



Также почти каждая колонна имеет вспомогательные узлы для подвода исходной смеси (спирта-сырца), контроля процесса ректификации (термометры, автоматика) и отбора дистиллята — модуль, в котором конденсируется, а затем принимается наружу извлеченный из системы пар определенного вещества.




Одна из самых распространенных домашних конструкций

Спирт-сырец – продукт перегонки браги методом классической дистилляции, который можно «залить» в ректификационную колонну. Фактически это самогон крепостью 35-45 градусов.

Флегма – сконденсировавшийся в дефлегматоре пар, стекающий по стенкам колонны вниз.


Флегмовое число — отношение количества флегмы к массе отбираемого дистиллята. В спиртовой ректификационной колонне находятся три потока: пар, флегма и дистиллят (конечная цель). В начале процесса дистиллят не отбирают, чтобы в колонне появилась достаточно флегмы для тепломассообмена. Потом часть паров спирта конденсируют и отбирают из колонны, а оставшиеся спиртовые пары и дальше создают поток флегмы, обеспечивая нормальную работу.



Для работы большинства установок флегмовое число должно быть не меньше 3, то есть 25% дистиллята отбирают, остальной – нужен в колонне для орошения контактных элементов. Общее правило: чем медленнее отбирать спирт, тем выше качество.

Контактные устройства ректификационной колонны (тарелки и насадки)

Отвечают за многократное и одновременное разделение смеси на жидкость и пар с последующей конденсацией пара в жидкость – достижение в колонне состояния равновесия. При прочих равных условиях, чем больше в конструкции контактных устройств, тем эффективнее ректификация в плане очистки спирта, поскольку увеличивается поверхность взаимодействия фаз, что интенсифицирует весь тепломассообмен.



**Теоретическая тарелка –
один цикл выхода из
равновесного состояния с
повторным его достижением.
Для получения качественного
спирта требуется минимум 25-30
теоретических тарелок.**


Физическая тарелка – реально работающее устройство. Пар проходит сквозь слой жидкости в тарелке в виде множества пузырьков, создающих обширную поверхность контакта. В классической конструкции физическая тарелка обеспечивает примерно половину условий для достижения одного равновесного состояния. Следовательно, для нормальной работы ректификационной колонны требуется в два раза больше физических тарелок, чем теоретических (расчетных) минимум – 50-60 штук.

Насадки

Зачастую тарелки ставят только на промышленные установки. В лабораторных и домашних ректификационных колоннах в качестве контактных элементов используются насадки — скрученная специальным образом медная (либо стальная) проволока или сетки для мытья посуды. В этом случае флегма стекает тонкой струйкой по всей поверхности насадки, обеспечивая максимальную площадь контакта с паром.

Насадки из мочалок самые практичные






Конструкций очень много.
Недостаток самодельных
проволочных насадок —
возможная порча материала
(почернение, ржавчина),
заводские аналоги лишены
подобных проблем.

Свойства ректификационной колонны

Материал и размеры. Цилиндр колонны, насадки, куб и дистилляторы обязательно делают из пищевого, нержавеющей, безопасного при нагревании (равномерно расширяется) сплава. В самодельных конструкциях в качестве куба чаще всего используются бидоны и сковородки.



Минимальная длина трубы
домашней ректификационной
колонны – 120-150 см,
диаметр – 30-40 мм.

Система нагрева


В процессе ректификации очень важно контролировать и быстро регулировать мощность нагрева. Поэтому самым удачным решением является нагрев с помощью ТЭНов, вмонтированных в нижнюю часть куба. Подвод тепла через газовую плиту не рекомендуется, поскольку не позволяет быстро менять температурный диапазон (высокая инертность системы).

Контроль процесса.

Во время ректификации важно следовать инструкции производителя колонны, в которой обязательно указываются особенности эксплуатации, мощность нагрева, флегмовое число и производительность модели.

Термометр позволяет точно
контролировать процесс отбора
фракций





Очень сложно контролировать процесс ректификации без двух простейших приспособлений – термометра (помогает определить правильную степень нагрева) и спиртометра (измеряет крепость полученного спирта).

Производительность

Не зависит от размеров колонны, поскольку, чем выше царга (труба), тем больше физических тарелок находится внутри, следовательно, качественнее очистка. На производительность влияет мощность нагрева, которая определяет скорость движения потоков пара и флегмы. Но при переизбытке подаваемой мощности колонна захлебывается (перестает работать).


Средние значения
производительности
домашних
ректификационных колон —
1 литр в час при мощности
нагрева 1 кВт.

Влияние давления


Температура кипения жидкостей зависит от давления. Для успешной ректификации спирта давление вверху колонны должно быть приближено к атмосферному – 720-780 мм.рт.ст. В противном случае при уменьшении давления снизится плотность паров и увеличится скорость испарения, что может стать причиной захлебывания колонны. При слишком высоком давлении падает скорость испарения, делая работу устройства неэффективной (нет разделения смеси на фракции). Для поддержания правильного давления каждая колонна для ректификации спирта оборудована трубкой связи с атмосферой.

О возможности самодельной сборки.

Теоретически, ректификационная колонна не является очень сложным устройством. Конструкции успешно реализуются умельцами в домашних условиях.




Но на практике без понимания физических основ процесса ректификации, правильных расчетов параметров оборудования, подбора материалов и качественной сборки узлов, использование самодельной ректификационной колоны превращается в опасное занятие. Даже одна ошибка может привести к пожару, взрыву или ожогам.



В плане безопасности прошедшие испытания (имеют подтверждающую документацию) заводские колонны надежнее, к тому же поставляются с инструкцией (должна быть подробной). Риск возникновения критической ситуации сводится только к двум факторам – правильной сборке и эксплуатации согласно инструкции, но это проблема почти всех бытовых приборов, а не только колонн или самогонных аппаратов.


Принцип работы ректификационной колонны

Куб наполняют максимум на $2/3$ объема. Перед включением установки обязательно проверяют герметичность соединений и сборки, перекрывают узел отбора дистиллята и подают охлаждающую воду. Только после этого можно начать нагрев куба.




Оптимальная крепость подаваемой в колонну спиртосодержащей смеси – 35-45%. То есть в любом случае перед ректификацией требуется дистилляция браги. Полученный продукт (спирт-сырец) потом перерабатывают на колонне, получая почти чистый спирт.


Это значит, что домашняя ректификационная колонна не является полной заменой классического самогонного аппарата (дистиллятора) и может рассматриваться лишь как дополнительная ступень очистки, более качественно заменяющая повторную дистилляцию (вторую перегонку), но нивелирующая органолептические свойства напитка.



Справедливости ради отмечу, что большинство современных моделей ректификационных колонн предполагают работу в режиме самогонного аппарата. Для перехода к дистилляции нужно лишь перекрыть штуцер соединения с атмосферой и открыть узел отбора дистиллята.




Если одновременно
перекрыть оба штуцера, то
нагретая колонна может
взорваться из-за избыточного
давления! Не допускайте
подобных ошибок!




На промышленных установках непрерывного действия зачастую брагу перегоняют сразу, но это возможно благодаря гигантским размерам и особенностям конструкции. Например, стандартом считается труба 80 метров высоты и 6 метров диаметра, в которой установлено в разы больше контактных элементов, чем на ректификационных колоннах для дома.




Размер имеет значение. Возможности спиртзаводов в плане очистки куба больше, чем при домашней ректификации




После включения жидкость в кубе доводится нагревателем до кипения. Образовавшийся пар поднимается вверх по колонне, затем попадает в дефлегматор, где конденсируется (появляется флегма) и по стенкам трубы возвращается в жидком виде в нижнюю часть колонны, на обратном пути контактируя с поднимающимся паром на тарелках или насадках. Под действием нагревателя флегма снова становится паром, а пар вверху опять конденсируется дефлегматором. Процесс становится циклическим, оба потока непрерывно контактируют друг с другом.




После стабилизации (пара и флегмы достаточно для равновесного состояния) в верхней части колонны скапливаются чистые (разделенные) фракции с самой низкой температурой кипения (метиловый спирт, уксусный альдегид, эфиры, этиловый спирт), внизу – с самой высокой (сивушные масла). По мере отбора нижние фракции постепенно поднимаются вверх по колонне.




В большинстве случаев стабильной (можно начинать отбор) считается колонна, в которой температура не меняется на протяжении 10 минут (общее время прогрева – 20-60 минут). До этого момента устройство работает «само на себя», создавая потоки пара и флегмы, которые стремятся к равновесию. После стабилизации начинается отбор головной фракции, содержащей вредные вещества: эфиры, альдегиды и метиловый спирт.



Ректификационная колонна не избавляет от необходимости разделять выход на фракции. Как и в случае с обычным самогонным аппаратом приходится собирать «голову», «тело» и «хвост». Разница только в чистоте выхода. При ректификации фракции не «смазываются» – вещества с близкой, но хотя бы на десятую долю градуса разной температурой кипения не пересекаются, поэтому при отборе «тела» получается почти чистый спирт. Во время обычной дистилляции разделить выход на фракции, состоящие только из одного вещества, невозможно физически какая бы конструкция не использовалась.



Если колонна выведена на оптимальный режим работы, то при отборе «тела» трудностей не возникает, так как температура всё время стабильна.



Нижние фракции («хвосты») при ректификации отбирают, ориентируясь по температуре или по запаху, но в отличие от дистилляции эти вещества не содержат спирта.

Возвращение спирту органолептических свойств

Зачастую «хвосты» требуются, чтобы вернуть спирту-ректификату «душу» – аромат и вкус исходного сырья, например, яблока или винограда. После завершения процесса в чистый спирт добавляют некоторое количество собранных хвостовых фракций. Концентрацию рассчитывают эмпирическим путем, экспериментируя на небольшом количестве продукта.

Преимущество ректификации в возможности добыть практически весь содержащийся в жидкости спирт без потери его качества. Это значит, что «ГОЛОВЫ» и «ХВОСТЫ», полученные на самогонном аппарате, можно переработать на ректификационной колонне и получить безопасный для здоровья ЭТИЛОВЫЙ СПИРТ.

Захлебывание ректификационной КОЛОННЫ


Каждая конструкция имеет предельную скорость движения пара, после которой течение флегмы в кубе сначала замедляется, а потом и вообще прекращается. Жидкость накапливается в ректификационной части колонны и происходит «захлебывание» — прекращение теплообменного процесса. Внутри происходит резкий перепад давления, появляется посторонний шум или бульканье.

Причины захлебывания ректификационной колонны:

- превышение допустимой мощности нагрева (встречается наиболее часто);
- засорение нижней части устройства и переполнение куба;
- очень низкое атмосферное давление (характерно для высокогорий);
- напряжение в сети выше 220В – в результате мощность ТЭНов возрастает;
- конструктивные ошибки и неисправности.

Схема ректификационной КОЛОННЫ

Благодаря особому строению ректификационной колонны становится возможным практически полностью очистить конечный напиток от сивушных масел и примесей. В отличие от дистилляции качество самого сырья не имеет такой ключевой роли, поскольку органолептика в конечном напитке практически отсутствует. В результате получается спирт крепостью до 96,6% с бедной органолептикой, однако чистый. Использовать его можно для производства водки и различных настоек.



Рассмотрим принцип
устройства
ректификационной
колонны, и из каких частей
она состоит.

Ректификационная колонна, чертеж

Установка ректификации
"Доктор Губер"



дефлегматор


канал отбора
с доп. холодильником

1200



Ректификационная колонна, принцип работы


Ректификация — это разделение бинарных или многокомпонентных смесей за счёт противоточного массо- и теплообмена между паром и жидкостью. Части ректификационной колонны обеспечивают последовательный процесс: Испарительный куб — хранение и нагрев кубовой жидкости Колонна — теплообмен внутри самой колонны за счет насадки Дефлегматор — конденсация паров, образование флегмы Узел отбора — отбор флегмы и ректификата



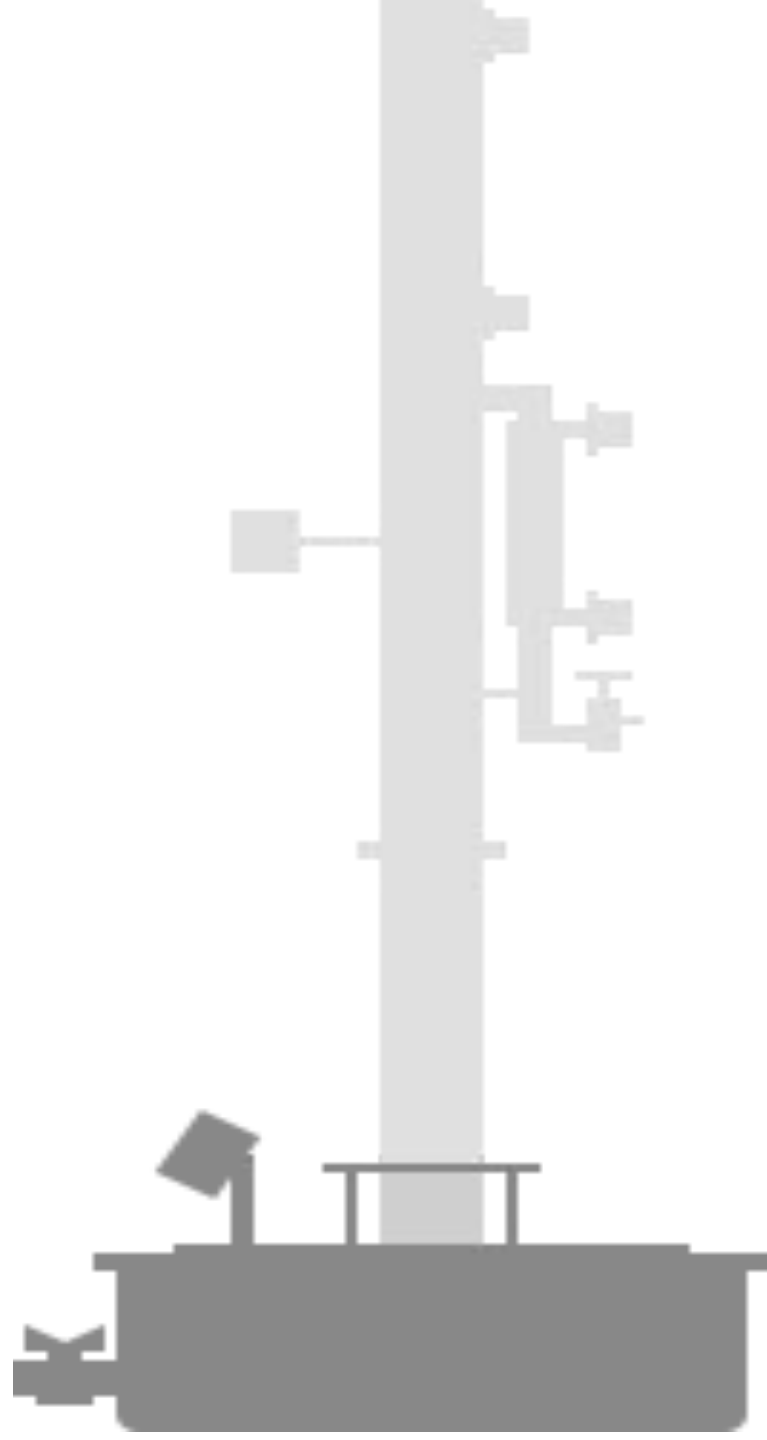
**Рассмотрим работу
каждой части
в отдельности.**


Испарительный куб

Это емкость, в которой хранится и нагревается брага или дистиллят. Также ее называют кубовой жидкостью. Нагреваясь, жидкость испаряется, и пар поднимается вверх по колонне, где разделяется на фракции. Одновременно куб служит основанием для колонны. Куб можно нагревать на обычной или индукционной плите. На индукционной — быстрее и безопаснее.




Также в качестве источника
тепла в некоторых моделях
используется ТЭН.





Обычно сначала перегоняется брага, чтобы получить спирт-сырец. Колонну надо перевести в режим дистиллятора, то есть максимально открыть кран отбора. После этого спирт сырец перегоняется еще раз, на этот раз медленно и с отбором пищевой фракции.

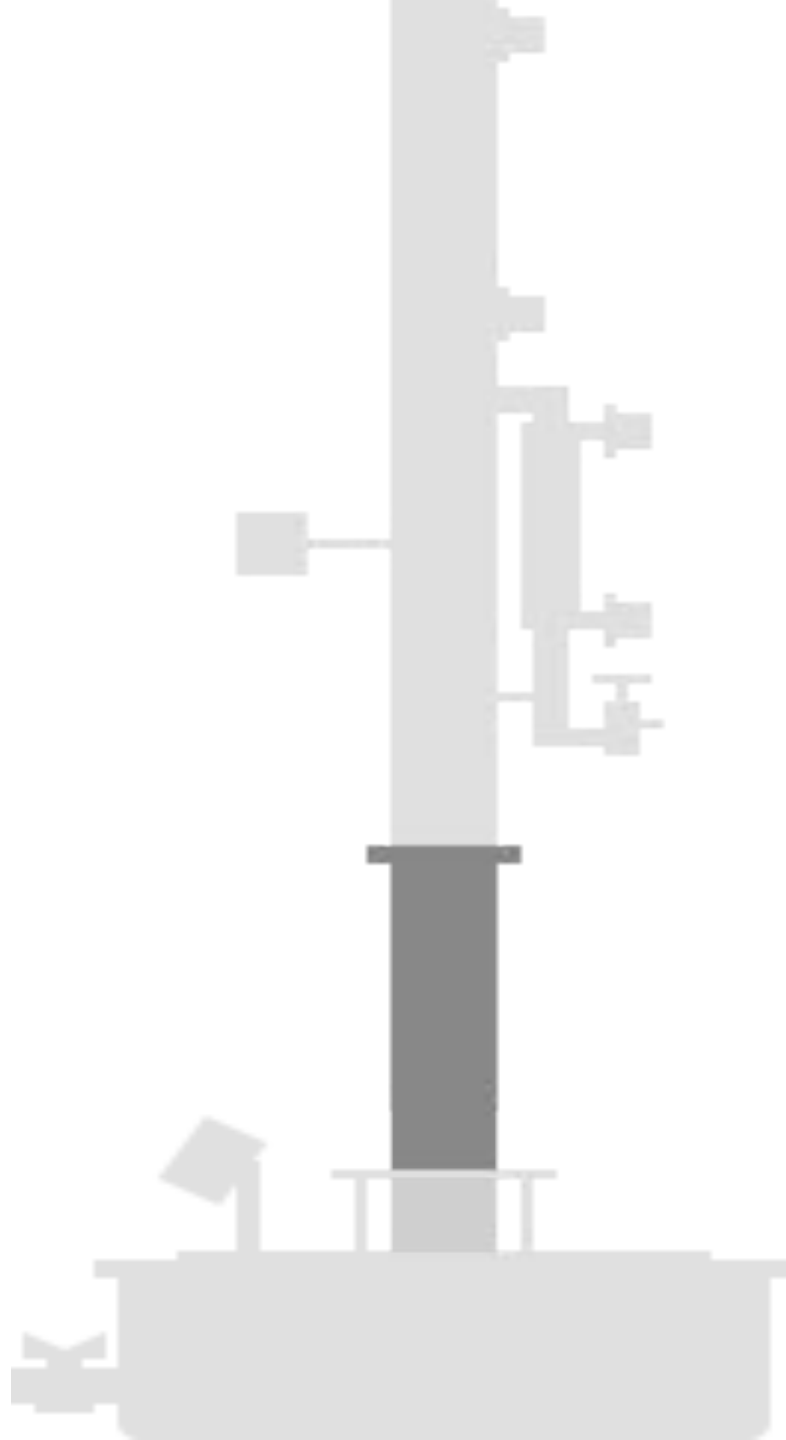



На кубе расположен термометр, чтобы контролировать температуру кубовой жидкости. При достижении в кубе $60-70^{\circ}\text{C}$ необходимо подать охлаждающую жидкость, чтобы пары могли конденсироваться. При достижении 70°C , мощность нагревательного элемента надо уменьшить и оставить при таком значении до завершения ректификации.

Царга


Царга — это тело колонны, ее центральная часть. Теплообмен, который составляет принцип действия ректификационной колонны, протекает именно здесь. Именно она делает процесс ректификации ВОЗМОЖНЫМ:

- 1 Жидкость в кубе испаряется, и по колонне пар поднимается наверх
- 2 Наверху расположен дефлегматор (холодильник), в котором пар конденсируется
- 3 Дистиллят стекает вниз по дефлегматору и по стенкам колонны
- 4 Жидкость контактирует с паром на стенках насадки, которой заполнена колонна
- 5 В результате тепломассообмена в верхней части колонны скапливается наиболее легкокипящая фракция
- 6 Легкокипящая фракция конденсируется в холодильнике и поступает в канал отбора.





Колонна может собираться из нескольких царг. Чем выше колонна, тем интенсивнее проходит тепломассообмен, и тем чище разделяется жидкость на фракции. Внутри колонна заполнена насадкой: СПН или РПН. Без насадки тепломассообмен невозможен.



Чтобы ускорить процесс ректификации, можно использовать колонну торнадо. Стенки колонны подогреваются, поэтому флегма, которая не контактирует с насадкой, испаряется со стенок. В результате процесс ускоряется, а степень очистки повышается.

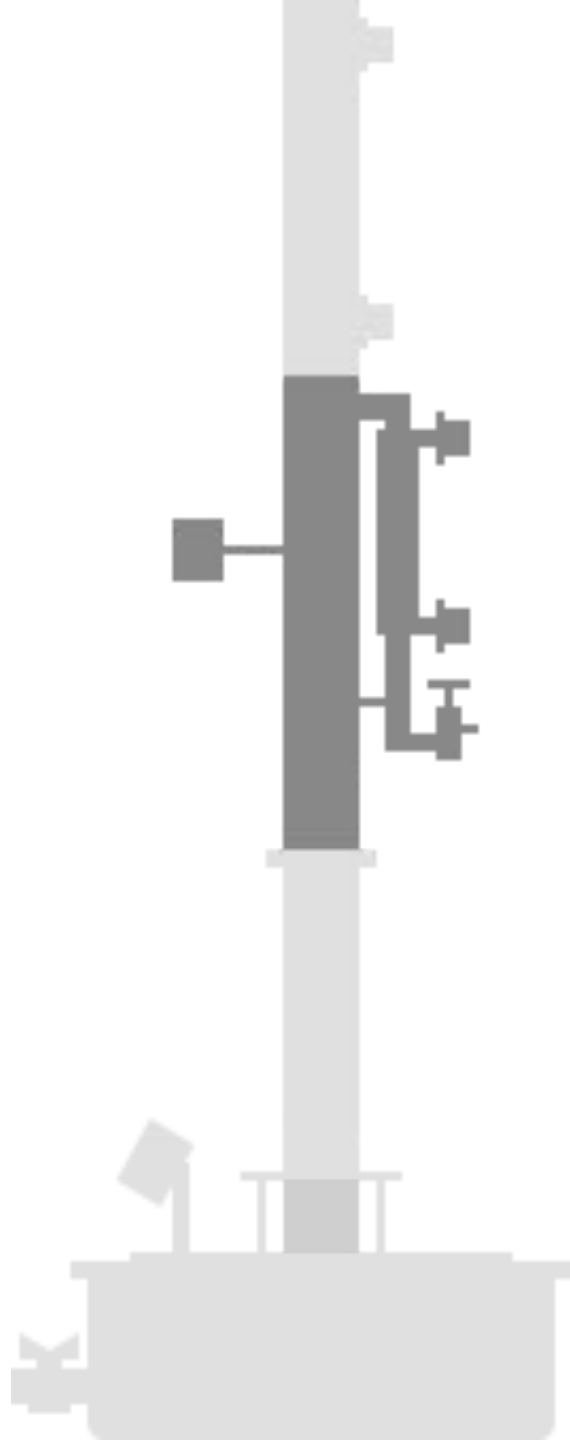
Дополнительно с колонной
могут использоваться тарелки
ректификационных колонн.
На её поверхности также
происходит тепло-массо-обмен
между горячим паром
и холодной флегмой. Степень
очистки растёт.


Насадка ректификационная

Ректификационная насадка — это универсальный инструмент, который состоит из узла отбора и холодильника. В холодильнике происходит конденсация паров спирта, которые возвращаются вниз в виде флегмы. Узел отбора позволяет контролировать количество спирта, которое выходит из колонны. Контролируя этот объем, можно изменять качество спирта, то есть степень его очистки. Чем медленнее идет процесс, тем чище получается спирт. Насадку можно купить в готовом виде или по отдельности.

Узел отбора спирта

Узел отбора спирта «Миджет» имеет смотровое стекло. С его помощью можно на глаз определить скорость отбора спирта. Есть ниппель, чтобы подключить термометр. После того, как установка ректификационной колонны выйдет на рабочий режим (температура перестанет изменяться), кран отбора надо открыть. Если вы перегоняете спирт-сырец, на этом этапе можно провести дробную перегонку. Для начала отбирается 3-5% расчетного количества спирта. Это головная фракция с резким запахом. Она испарится быстрее всего и имеет в своем составе вредные легкокипящие компоненты: метанол, ацетон и т.д.

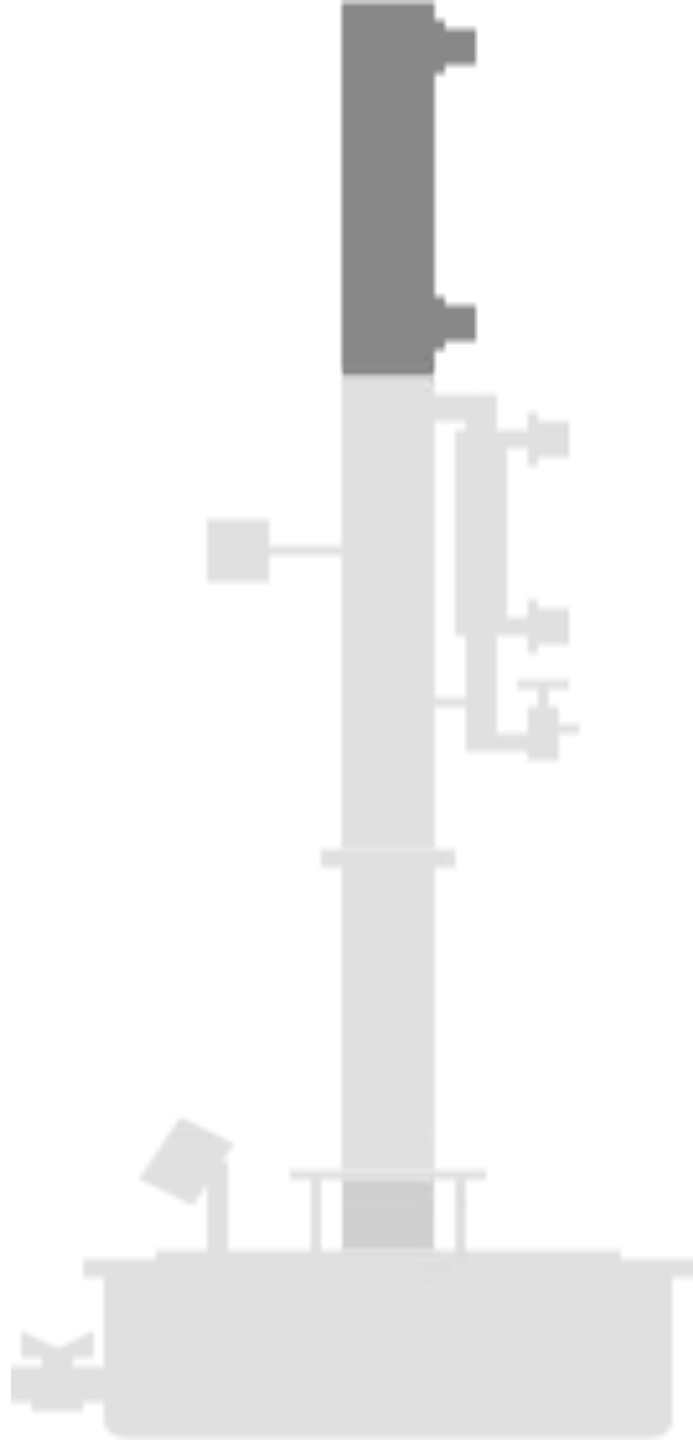




Термометр на узле отбора необходим, чтобы контролировать температуру. При отборе пищевой фракции температура в ректификационной колонне должна быть неизменной. Ректификацию следует прекратить, когда вы не сможете поддерживать постоянную температуру в колонне при минимальном отборе спирта. После этого можете подставить отдельную приёмную емкость, полностью открыть кран отбора и собрать «хвостовую» фракцию.


Дефлегматор

Дефлегматор или холодильник — это самая верхняя часть ректификационной колонны. Он также идет в составе ректификационной насадки и по отдельности. В дефлегматоре собираются и конденсируются пары, превращаясь в флегму. Флегма возвращается вниз и обогащается компонентами идущего навстречу пара. Часть флегмы попадает в узел отбора и выходит наружу. Чем меньше флегмовое число (количество выходящего спирта) — тем выше степень очистки спирта-ректификата.



Автоматика для ректификационной колонны

Ректификация требует постоянного контроля, чтобы головная и хвостовая фракции не попали в пищевую часть. Этот процесс можно облегчить, используя БУР — блок управления ректификацией. Блок будет ограничивать отбор ректификата в соответствии с заданной программой, чтобы хвостовая часть не смешалась с пищевой. Так вы можете отойти от колонны, не боясь, что хвосты попадут в чистый ректификат.




БУР — это
необязательная часть
ректификационной
колонны, однако работать
с ним гораздо удобнее.




Что

далее



Полученный на выходе спирт-ректификат будет иметь жесткий вкус. Спирт надо разбавить, отфильтровать и дать настояться. Для очистки спирта можно использовать активированный уголь, это называется углеванием. В результате углевания спирт приобретает более мягкий вкус, уголь связывает остатки сивушных масел, которые в небольшом количестве проникают в напиток даже при дробном отборе на ректификационной колонне. Именно так готовится классическая русская водка.



После
(разбавления)
спирту надо
в стеклянной
несколько

сортировки
и углевания
отдохнуть
ёмкости
дней.

Заключение

Ректификация известна с начала XIX века как один из важнейших технологических процессов главным образом спиртовой и нефтяной промышленности. В настоящее время ректификацию во всем мире применяют в самых различных областях химической технологии, где выделение компонентов в чистом виде имеет весьма важное значение (в производствах органического синтеза, изотопов, полимеров, полупроводников и различных других веществ высокой чистоты). Ректификация — это процесс многократного испарения и конденсации, в ходе которого исходная смесь разделяется на 2 или более компонентов, и паровая фаза насыщается легколетучим (низкокипящим) компонентом (-тами), а жидкая часть смеси насыщается тяжелолетучим (высококипящим) компонентом (-тами).

Литература

- Девярых Г. Г., Еллиев Ю. Е. Введение в теорию глубокой очистки веществ. — М.: Наука, 1981. — 320 с.
- <https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A0%D0%B5%D0%BA%D1%82%D0%B8%D1%84%D0%B8%D0%BA%D0%B0%D1%86%D0%B8%D1%8F>
- <https://alcofan.com/sxema-raboty-rektifikacionnoj-kolonny.html>
- <https://www.doctorguber.ru/book/samogonovarenie/tehnologiya-proizvodstva/article-shema-rectofikacionnoy-kolonny/>
- https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A0%D0%B5%D0%BA%D1%82%D0%B8%D1%84%D0%B8%D0%BA%D0%B0%D1%86%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%BD%D0%B0%D1%8F_%D0%BA%D0%BE%D0%BB%D0%BE%D0%BD%D0%BD%D0%B0