

10716 661.72
Г52

Н. П. ГЛАДИЛИН

Д 60

РУКОВОДСТВО ПО РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА

ПИЩЕПРОМИЗДАТ • 1941

661, 752
663, 752

Н. И. ГЛАДИЛИН

СЕН 11 И 1957

РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

2

РУКОВОДСТВО ПО РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА

Д Е П

Утверждено Главным управлением
спиртовой промышленности Наркомпищепрома СССР

РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

46037

№ 89 1958
РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

25



ПИЩЕПРОМИЗДАТ

МИНСКАЯ
РЕСПУБЛИКАНСКАЯ
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА БССР

ВВЕДЕНИЕ

Этиловый (винный) спирт, называемый просто спиртом, получается главным образом путем сбраживания сахаров. Но возможно получение спирта синтетически или химически. Этиловый спирт, как правило, не получается химически чистым: его всегда сопровождают вода и побочные продукты его образования. Этиловый (винный) спирт в СССР получается брожением при воздействии дрожжей. При спиртовом брожении сахара получают вместе со спиртом и углекислотой и побочные продукты брожения, состоящие из альдегидов, эфиров, кислот, высших спиртов и других веществ, растворенных водой.

Этиловый спирт в концентрированном виде из слабых водно-спиртовых растворов (бражка) получается путем перегонки, когда спирт освобождается от большей части сопровождающей его воды и совершенно от твердых составных частей раствора (бражки).

Одной перегонкой не удастся освободить спирт от сопровождающих его примесей, почему прибегают к повторным перегонкам, называемым в технике ректификацией. Обычно этиловый спирт после перегонки содержит 0,3—0,4% примесей (альдегидов, эфиров, кислот, высших спиртов и др.) и до 15% воды; такая смесь этилового спирта с примесями называется спиртом-сырцом. Уменьшают количество примесей в этиловом спирте до 0,0001% путем повторных перегонок, повышающих содержание этилового спирта и уменьшающих содержание воды до 4,5%.

В промышленности и быту применяют этиловый спирт не в химически чистом виде, а с различным количеством примесей, достигающим иногда до следов.

Соответственно содержанию примесей в промышленности и торговле этиловый спирт (обычно называемый кратко спирт) разделяют главным образом на спирт-сырец и ректифицированный спирт, но имеются кроме того промежуточные сорта спирта, содержащие больше и меньше примесей, чем спирт-сырец.

Спирт, имеющий больше примесей, чем спирт-сырец, известен под названием альдегидов и эфиров и является отходом при ректификации. В концентрированном виде в нем содержатся альдегиды и эфиры от 20 до 40 г на 1 л спирта. Спирт различают по содержанию в нем воды в объемных или весовых процентах. В СССР применяются только объемные проценты, указывающие, сколько этилового спирта содержится в данном водно-спиртовом растворе,

а остальное составляет вода. На зависимости удельных весов водных растворов этилового спирта от его концентрации в растворе основана алкоголомерия. Концентрация этилового спирта в технике называется крепостью. Крепость спирта в водноспиртовых растворах принимается при 15°, а так как ее определение может производиться при любой температуре (от — 20 до + 30°), то и составлена таблица, указывающая действительную крепость при 15°.

В настоящей книге крепость спирта указывается при температуре 15°.

При операциях со спиртом указывается количество спирта в объемных мерах, относящееся только к чистому спирту, т. е. без воды, фактически же объем спирта будет тем больше, чем меньше его крепость. Поэтому когда мы говорим о количестве спирта, то имеем в виду спирт без воды, т. е. такое его количество, которое отвечает его крепости.

Спирт находит очень широкое применение в практике. Он является исходным сырьем для приготовления химических продуктов, как уксусная кислота, диэтиловый эфир и др. В последнее время он получает особенное значение, как исходный продукт, при получении синтетического каучука по способу академика Лебедева.

Являясь отличным растворителем, спирт употребляется также при изготовлении лаков, красок, фармацевтических препаратов, экстрактов, взрывчатых веществ и т. д.

Не менее важное значение имеет спирт в качестве горючего для двигателей внутреннего сгорания и для спиртокалильного освещения.

Наконец, всем известно, что спирт в огромном количестве идет на приготовление спиртных напитков.

Однако для всех этих целей должен применяться только спирт, освобожденный от примесей и имеющий значительную крепость. Наличие примесей в спирте-сырце мешает его техническому применению, отнимает у него свойства хорошего растворителя, а во многих случаях сообщает ему даже вредные свойства. Достаточно указать на то, что большое количество альдегидов и эфиров в спирте, употребляемых как горючее, способствует коррозии металлов, а наличие некоторых примесей в спирте, из которого готовят напитки, делает их вредными для здоровья.

Вот почему спирт-сырец предварительно должен быть очищен и доведен до значительной крепости. Это достигается ректификацией спирта-сырца, которая имеет целью максимальное удаление примесей и повышение крепости спирта.

Получаемый в результате ректификации продукт обычно носит название ректификованного спирта, или ректификата. Стандартный ректификат имеет крепость 95,5° по объему и является нейтральным спиртом с минимумом примесей. Кроме того имеется ректификованный спирт повышенных качеств крепостью 96,2° по объему. Он почти не содержит примесей и является строго нейтральным спир-

том без постороннего запаха и вкуса; такой спирт¹ обладает высокими дегустационными качествами.

Наконец, для специальных целей в настоящее время готовится безводный ректификованный спирт, не содержащий почти примесей, за исключением минимального количества воды — 0,1—0,2%.

Ректификация спирта первоначально была периодической, а затем были изобретены аппараты для непрерывной ректификации и даже непосредственного получения ректификованного спирта из бражки.

Ввиду того, что работникам спиртовой промышленности СССР приходится работать на периодически действующих аппаратах, оставшихся в большом количестве на спиртовых заводах от прежнего времени, в книге такой аппаратуре отведен соответствующий раздел.

Вопрос получения безводного спирта в настоящей книге нами не освещен, так как он в программу данного руководства по ректификации не входит.

ГЛАВА I

ОСНОВЫ РЕКТИФИКАЦИИ

I. СОСТАВ СПИРТА-СЫРЦА И СВОЙСТВА ЕГО ПРИМЕСЕЙ

Сырой спирт, получаемый после перегонки бражки, помимо этилового спирта, содержит примеси, являющиеся побочными продуктами нормального спиртового брожения (альдегиды и сивушные масла) и продуктами нежелательных бактериальных брожений (как например летучие кислоты), совершенно избежать которых невозможно. Кроме того в спирте-сырце имеются вещества, образующиеся в процессе перегонки бражки в результате химического соединения спиртов и кислот в так называемые эфиры вследствие окисления спирта в альдегиды.

Примеси спирта-сырца делят на четыре класса: эфиры, альдегиды, кислоты и высшие спирты; в каждый класс в свою очередь входит ряд веществ. Исследованием различных сортов спирта-сырца было установлено присутствие в нем свыше 40 веществ. Некоторые вещества находятся в спирте-сырце в минимальном количестве, другие присущи только некоторым особым родам спирта-сырца, третьи по химическому составу и свойствам близки к примесям, обладающим в данном спирте-сырце, четвертые легко выделяются из спирта при перегонке.

Природа отдельных примесей и их количественные соотношения зависят от вида сырья (картофель, хлебные злаки, патока, фрукты и пр.), от методов приготовления затора и дрожжей, способа перегонки, применяемого при получении сырого спирта, а также и от конструкции перегонных аппаратов. В спирте, полученном из картофеля, например, общее количество примесей составляет обычно 0,3—0,5 весовых частей на 100 весовых частей этилового спирта. В спирте из виноградных выжимок процентное содержание примесей нередко в три раза больше.

Содержавшуюся в спирте-сырце воду также следует считать примесью, по крайней мере по отношению к чистому спирту.

Для практических целей достаточно изучения наиболее характерных и количественно преобладающих примесей.

Примеси спирта обладают разной температурой кипения. Если расположить их в зависимости от этого фактора, то получится следующий ряд (табл. I).

Таблица 1

Примесь	Температура кипения (в °С)	Примесь	Температура кипения (в °С)
Уксусный альдегид	20,8	Бутиловый спирт	117,0
Муравьиноэтиловый эфир	54,15	Масляноэтиловый эфир	121,0
Уксуснометиловый эфир	56,0	Оптическидеятельный амиловый спирт	128,0
Уксусноэтиловый эфир	77,05	Изоамиловый спирт	132,0
Этиловый спирт	78,3	Изовалерианоэтиловый эфир	134,3
Изопропиловый спирт	82,1	Амиловый спирт	138,0
Пропиловый спирт	97,4	Уксусноизоамиловый эфир	137,6
Вода	100,0	Фурфурол	162,0
Ацеталь	102,9	Изовалерианоизоамиловый эфир	196,0
Изобутиловый спирт	108,4		
Изомасляноэтиловый эфир	110,1		

По характеру их выделения примеси спирта-сырца делят на две большие группы:

1) головные примеси, т. е. вещества, более летучие, чем этиловый спирт;

2) хвостовые примеси, менее летучие, чем этиловый спирт.

К головным примесям относятся уксусный альдегид, муравьиноэтиловый эфир, уксуснометиловый и уксусноэтиловый эфиры, объединяемые в заводской практике под названием альдегидов и эфиров.

Некоторые хвостовые примеси имеют маслянистый вид и не растворяются в воде, поэтому их называют маслами, а чаще — сивушными маслами.

Хвостовые примеси состоят главным образом из:

1) гомологов этилового спирта: пропилового, изопропилового, бутилового, изобутилового, амилового, изоамилового спиртов;

2) сложных эфиров, образующихся под влиянием летучих кислот, и

3) соединений, очень близких к эфирным маслам.

Состав сивушных масел зависит от сырья, из которого получен спирт-сырец, и от методов его выработки.

Помимо групп головных и хвостовых примесей различают группу промежуточных продуктов. В нее входят изомасляноэтиловый эфир, кипящий при 110,1°, и изовалерианоэтиловый эфир, кипящий при 134,3°. Эти примеси по своим физическим свойствам могут быть отнесены к головным или хвостовым примесям в зависимости от крепости спирта.

Промежуточные продукты наиболее трудно отделяются от спирта-сырца. При обычно практикуемой очистке спирта путем перегонки на периодически действующем ректификационном аппара-

рате для перевода этих трудно отделимых примесей в легко отделимые требуется предварительная химическая очистка спирта-сырца.

В спирте-сырце имеются примеси, с трудом отделяющиеся при ректификации.

К числу их относятся, с одной стороны, примеси, обладающие температурой кипения, близкой к температуре кипения этилового спирта (уксусноэтиловый эфир), с другой стороны, примеси (уксусный альдегид) с температурой кипения, сильно отличающейся от температуры кипения этилового спирта, но обладающие способностью растворяться в нем и его парах (см. табл. 1).

Альдегиды и непредельные соединения очень трудно удалить при помощи обыкновенных периодически действующих аппаратов.

Эти вещества обычно дают увеличенные выходы начальных III и II сортов, а иногда в некотором количестве переходят в I сорт, загрязняя и ухудшая его вкусовые качества.

II. ХИМИЧЕСКАЯ ОЧИСТКА СПИРТА-СЫРЦА

Химическая очистка спирта-сырца производится главным образом едкими щелочами и марганцевокислым калием («хамелеоном»).

Иногда очистку производят только одними щелочами.

Эфиры, в том числе и уксусноэтиловый, легко омыляются (расщепляются) при нагревании с едкой щелочью, причем выделяется спирт, а кислота связывается щелочью и переходит в соответствующую соль. Так, при расщеплении уксусноэтилового эфира получается этиловый спирт и уксуснокислый натрий.

Эфиры в соединении с разными кислотами, входящие в состав высококипящих спиртов, при действии на них едкой щелочи также расщепляются и дают соответствующие спирты и соли кислот.

На входящие в состав спирта-сырца так называемые непредельные соединения едкая щелочь не действует.

Таким образом обработка едкой щелочью улучшает качество сырца: она связывает свободные кислоты, главным образом уксусную, легко улетучивающуюся с парами воды, и, расщепляя эфиры, тем самым переводит их частью в неперегоняемые вещества — соли, частью — в спирты.

Следует иметь в виду, что избыток щелочи опасен, так как щелочь переводит спирт в альдегид, от которого всеми мерами стараются избавиться.

Альдегиды и непредельные соединения являются веществами, от которых трудно избавиться на обыкновенных периодически действующих аппаратах. Они обычно дают увеличенные выходы начальных сортов III и II, а иногда переходят в некоторых количествах в I сорт. Эти соединения легко окисляются и химической очисткой могут быть переведены в вещества, не поддающиеся перегонке.

Слабый раствор марганцевокислого калия (хамелеон) легко окисляет альдегиды и непредельные соединения. Однако избыток марганцевокислого калия окисляет не только альдегиды и непредельные соединения, но и спирт. Окисляющее действие марганцевокислого калия проявляется энергично как в кислой, так и в щелочной среде, созданной едкими щелочами (едким натром или едким кали); помимо того, сама едкая щелочь окисляет спирт.

Углекислые щелочи создают среду, в которой марганцевокислый калий не является энергичным окислителем, и слабые растворы его в присутствии углекислого натрия (кальцинированной соды) почти не действуют на спирт, но в то же время окисляют альдегиды.

Марганцевокислый калий, раскисляясь, образует едкое кали и перекись марганца, выпадающую в виде бурого осадка и частично захватывающую с собой едкое кали; остальная часть образующегося едкого кали соединяется с углекислотой в спирте и переходит в поташ.

Следует иметь в виду, что для очистки спирта, полученного на разных заводах и даже из разных продуктов одного и того же завода, требуется разное количество марганцевокислого калия. Поэтому совершенно неприемлемы общие рецепты, предписывающие определенное количество марганцевокислого калия для всякого спирта. В этом отношении спирты в высшей степени индивидуальны, и в каждом случае в отдельности необходимо определять нужное количество марганцевокислого калия.

1. Определение количества марганцевокислого калия, необходимого для очистки спирта

Существуют разные методы определения количества марганцевокислого калия, необходимого для очистки спирта.

Метод проф. А. П. Ситникова. Определение количества марганцевокислого калия, необходимого для очистки спирта, производят в 123 мл безводного спирта-сырца (обрабатываемый спирт более слабой концентрации, поэтому его берут в большем количестве в зависимости от крепости). Если крепость очищаемого спирта равна, например, 89°, то его следует взять $\frac{123 \cdot 100}{89} = 138,2 \text{ мл}$;

это количество разбавляют чистой водой приблизительно до 70° по Траллесу, подкисляют 3—4 каплями крепкой серной кислоты (уд. веса 1,84) и охлаждают до 18°.

Затем к спирту из бюретки прибавляют 3—4 капли раствора (1:1000) марганцевокислого калия, взбалтывают и дают постоять, пока спирт окрасится в розовый цвет. Когда розовая окраска исчезнет, вновь прибавляют 4—5 капель раствора, взбалтывают и оставляют стоять до исчезновения розовой окраски. После прибавления первых капель окраска обычно исчезает приблизительно

в течение 1 мин., а после последующих прибавлений — быстрее: в $\frac{1}{2}$ или даже в $\frac{1}{4}$ мин. К спирту прибавляют по 4—5 капель раствора до тех пор, пока розовая окраска не начнет исчезать через 1— $1\frac{1}{2}$ —2 мин. Наконец к спирту приливают 1—2 мл марганцево-кислого калия, взбалтывают и оставляют стоять. Розовая окраска раньше чем через 6—7 мин. не должна исчезнуть; через 10—12 мин. жидкость должна стать желтой, а через 25—30 мин. почти бесцветной. Если сроки обесцвечивания спирта не соответствуют указанному, то необходимо вновь прибавить 1—2 мл раствора.

Количество миллилитров раствора марганцевокислого калия, израсходованного для обесцвечивания взятой порции спирта, показывает, сколько граммов марганцевокислого калия необходимо взять для обработки 12,3 дкл безводного спирта-сырца. Например, если на обесцвечивание (титрование) взятой порции спирта было израсходовано 4,8 мл раствора, то для обработки 12,3 дкл безводного спирта-сырца нужно взять 4,8 г марганцевокислого калия.

Раствор марганцевокислого калия готовят следующим образом: отвешивают точно 0,5 г марганцевокислого калия и растворяют в 500 мл дистиллированной воды (в мерной колбе). Раствор необходимо хранить в склянке с притертой пробкой в темном месте. Приготовленный на свежеперегнанной воде раствор можно хранить 21—28 дней; раствор, приготовленный на несвежей дистиллированной воде, не следует хранить более 10—14 дней¹.

Метод А. Н. Грацианова² состоит в следующем. В коническую колбу емкостью 100—150 мл помещают 1 мл раствора марганцевокислого калия, применяющегося при испытании спирта по Лангу (0,2 г на 1 л воды). Затем из бюретки при постоянном взбалтывании колбы в раствор равномерной струей со скоростью 20—30 мл/мин. приливают испытуемый спирт до получения розовато-желтой окраски, какую имеет типовой раствор Ланга, налитый в такую же колбу (розовато-желтая окраска). Скорость истечения спирта должна составлять приблизительно 20—30 мл в минуту. Количество миллилитров спирта, пошедшее на раскисление марганцевокислого калия, записывают, что необходимо для вычисления требуемого количества марганцевокислого калия.

Расчет производят следующим образом. В 1 мл раствора марганцевокислого калия концентрации 2 : 10 000 содержится 0,0002 г марганцевокислого калия. Предположим, что на раскисление этого количества пошло 25 мл испытуемого спирта, следовательно, для очистки 1 дкл, т. е. 10 000 мл такого спирта, потребуется марганцевокислого калия

$$\frac{0,0002 \cdot 10\,000}{25} = 0,08 \text{ г.}$$

¹ Навеску марганцевокислого калия в 0,5 г следует брать из той же соли, которая идет для очистки спирта.

² Этот метод рекомендован Главспиртом в «Инструкции для химиков по контролю и учету спиртового производства».

2. Определение количества щелочи, необходимого для очистки спирта-сырца

Количество необходимой для очистки спирта-сырца щелочи определяют разными методами в зависимости от химического состава спирта.

Проф. А. П. Ситников при очистке спирта марганцевокислым калием применяет кальцинированную соду из расчета 130—150 г на каждые 12,3 дкл спирта и перед спуском навалки в куб в нее добавляет на каждые 12,3 дкл спирта 16—18 г каустической соды.

По методу А. Н. Грацианова количество каустической соды определяют на основании данных о содержании в спирте кислот и эфиров или же путем специального упрощенного определения.

Предположим, что для нейтрализации кислот израсходовано A мл $N/10$ раствора NaOH , а для омыления эфиров — B мл $N/10$ раствора NaOH . Следовательно, для устранения вредного действия примесей на 100 мл испытуемого спирта в данном случае нужно затратить $A + B$ мл $N/10$ раствора NaOH , а на 1 дкл потребуется $(A + B) \cdot 100$ мл $N/10$ раствора NaOH .

Так как каждый миллилитр $N/10$ раствора NaOH содержит 0,004 г NaOH , то для нейтрализации кислот и омыления эфиров на 1 дкл испытуемого спирта потребуется.

$$(A + B) \cdot 100 \cdot 0,004 = (A + B) \cdot 0,4 \text{ г каустической соды.}$$

Если нет данных о содержании кислот и эфиров в испытуемом спирте, то необходимое количество каустической соды определяется следующим образом. К 100 мл испытуемого спирта в колбу емкостью 200 мл с обратным холодильником прибавляют 10 мл $N/10$ раствора NaOH и в течение 1 часа нагревают. После того как содержимое в колбе остынет настолько, что ее можно держать рукой, добавляют 1 каплю фенолфталеина (1%-ного раствора), вводят 10 мл $N/10$ раствора H_2SO_4 (серная кислота) и избыток введенной кислоты оттитровывают $N/10$ раствором NaOH .

Количество пошедшего на титрование $N/10$ раствора NaOH и является тем количеством едкого натра, которое требуется для очистки 100 мл испытуемого спирта. Дальше расчет ведут так же, как и при определении на основании данных о содержании в спирте кислот и эфиров. Результаты определения нужного количества каустической соды для очистки спирта-сырца по обоим способам не совпадают. По второму способу получаются несколько повышенные показания, так как часть щелочи расходуется на нейтрализацию растворенной в спирте уголекислоты. Но разница при этом настолько мала, что существенного влияния на результат очистки она не оказывает. На точность расчета требующегося количества NaOH большое влияние оказывает качество воды, добавляемой для разбавления спирта, и качество применяемой каустической соды. Поэтому в полученные результаты необходимо вводить поправку на основании данных точного анализа воды и соды.

3. Методы химической очистки спирта-сырца

Метод проф. А. П. Ситникова. В сортировочный чан наливают спирт и разбавляют водой до крепости около 80° по Траллесу. В отдельном маленьком чане емкостью 12—13 дкл (в зависимости от количества очищаемого спирта) растворяют кальцинированную соду, потребную для очистки всего спирта. Для ускорения растворения соды полезно брать подогретую воду в таком количестве, чтобы получился 1- или 2%-ный раствор соды. После полного растворения кальцинированной соды весь раствор выливают в сортировочный чан.

Затем в медном чане готовят 1%-ный раствор марганцевокислого калия (необходимое количество калия определяют вышеописанным способом). Полученный раствор тонкой струей приливают в сортировочный чан к спирту-сырцу, омешанному с кальцинированной содой. Марганцевокислый калий медленно растворяется в воде, особенно холодной. Во избежание попадания в спирт кристалликов марганцевокислого калия целесообразно предварительно растворить его в ведре, а затем процедить раствор через густое медное сито в медный чан, где раствор и доводится до требуемой концентрации.

Скорость обесцвечивания спирта после прибавления раствора ($1\frac{1}{2}$ —3 часа) зависит от качества спирта и особенно от его температуры. Чем ниже температура спирта, тем медленнее действует раствор. Исчезновение красного цвета в спирте считают концом реакции. После обесцвечивания спирта прибавляют все необходимое количество каустической соды в виде 1%-ного раствора (технический едкий натр).

Каустическая сода легко растворяется в воде. Во избежание несчастных случаев предварительное растворение каустической соды надо производить на открытом воздухе (а не в цехе ректификации), так как иногда попадаются мелкие кусочки металлического натрия, которые при соприкосновении с водой воспламеняются. При растворении каустической соды надо пользоваться защитными очками и резиновыми перчатками. Крепкий раствор каустической соды выливают в заготовленную воду (дефлегматорную или конденсационную) для получения 1%-ного раствора.

Полученный 1%-ный раствор каустической соды прибавляют в сортировочный чан к спирту и хорошо размешивают, после чего очищаемый спирт считается готовым для дальнейшей переработки.

Большая часть каустической соды уходит на омыление сложных эфиров в спирте-сырце. На холоду омыление идет очень медленно и значительно быстрее при нагревании навалки в кубе.

Если в спирт-сырец налита каустическая сода, то его нельзя хранить до начала сгонки более суток, особенно при наличии в растворе перекиси марганца, так как в нем происходят побочные реакции, ухудшающие свойства спирта.

Метод А. Н. Грацианова. К спирту-сырцу, налитому в сортировочный чан, прибавляют при постоянной работе механической мешалки половину требующегося по расчету количества каустической соды в виде 10%-ного водного раствора (точность приблизительная, с небольшим отклонением в ту или другую сторону).

После тщательного перемешивания в течение 10—15 мин. при продолжающемся перемешивании вводят все необходимое количество марганцевокислого калия в виде 2%-ного раствора. Перемешивают еще 10—15 мин., а затем оставляют в покое на 6 час.

По мнению А. Н. Грацианова, более продолжительное отстаивание навалки после очистки марганцевокислым калием не оказывает вредного влияния на процесс очистки спирта. Указанное 6-часовое отстаивание является обязательным. По прошествии указанного срока отстаивания возобновляют работу мешалки, вводят оставшуюся половину щелочи и дополнительно перемешивают еще 5—10 мин., после чего спирт готов для дальнейшей переработки.

Крепость химически очищенного спирта может быть доведена до 80° по Траллесу.

Водные растворы марганцевокислого калия и каустической соды готовят таким же способом, как и при очистке спирта по методу проф. А. П. Ситникова, но более сильной концентрации. Поэтому по методу А. Н. Грацианова добавляют меньше воды: в раствор марганцевокислого калия — в два раза меньше, а в раствор каустической соды — в десять раз меньше.

Возникает вопрос: какой же метод предпочесть для очистки спирта-сырца?

По методу А. Н. Грацианова, предложенному сравнительно недавно, предусмотрена точная дозировка реактивов. Марганцевокислый калий берут в количестве, нужном для окисления примесей только непредельного характера. По методу же проф. А. П. Ситникова, применяемому с 1905 г., марганцевокислый калий расходуется на окисление альдегидов и непредельных соединений. Следовательно, расход его больше, чем при работе по методу Грацианова.

Метод А. Н. Грацианова дает хорошие результаты при очистке спирта-сырца среднего качества с нормальным или минимальным содержанием головных примесей; поддающихся химической очистке.

Метод же проф. А. П. Ситникова следует применять лишь тогда, когда очистка по методу А. Н. Грацианова не дает должного эффекта.

III. ОЧИСТКА СПИРТА-СЫРЦА РЕКТИФИКАЦИЕЙ

Под ректификацией в технике понимают сложную перегонку, состоящую в повторном кипячении перегоняемой смеси воды и спирта (водно-спиртовой жидкости) для увеличения крепости

получаемого дистиллата. На практике слово «ректификация» получило другое значение. Им обозначают очистку спирта-сырца от примесей путем перегонки и тем самым доведение спирта до высокой крепости, причем примеси, загрязняющие спирт, удаляются.

Очистка спирта-сырца от сопровождающих его примесей производится исключительно путем ректификации, основанной на использовании неодинаковых коэффициентов испарения чистого этилового спирта и главных сопровождающих его примесей.

1. Коэффициент испарения K

По законам перегонки между содержанием спирта (w) в смесях спирта и воды и содержанием спирта (W) в парах, выделяющихся из этих смесей, существует определенная зависимость, приведенная в таблице Сореля. Отношение $\frac{W}{w}$ называется коэффициентом испарения (K_a) этилового спирта. Он выражает собой степень повышения крепости (укрепление), которой подвергается этиловый спирт при простой перегонке, и величина ее зависит от содержания спирта в перегоняемой жидкости..

В дальнейшем изложении коэффициент испарения K для этилового спирта мы обозначаем с индексом a (K_a), а для примесей — с индексом n (K_n).

Числовые выражения коэффициентов испарения этилового спирта согласно таблице Сореля приведены в табл. 2.

Таблица 2

Коэффициент испарения K_a этилового спирта

Содержание спирта w в водно-спиртовой жид- кости (в объемных-%)	Содержание спирта W в выделяющихся парах (в объемных %)	Коэффициент испарения этилового спирта K_a ($K_a = \frac{W}{w}$)
10	51,00	5,10
20	66,20	3,31
30	69,20	2,31
40	71,95	1,80
50	74,95	1,50
60	78,17	1,30
70	81,85	1,17
80	86,49	1,08
90	91,80	1,02
95	95,35	1,004

Сорель определял коэффициенты испарения некоторых примесей спирта-сырца, обозначая их через K , но лишь при содержании примесей ниже 2%. Он говорит, что если обозначить через α весовое количество примесей, содержащихся в 1 кг паров смеси, и че-

рез s — весовое количество примесей, содержащихся в 1 кг исходной жидкости, то соотношение между величинами σ и s можно выразить следующей эмпирической формулой:

$$\sigma = Ks + K's^2 + K''s^3.$$

При содержании примесей ниже 2% величинами s^2 и s^3 можно пренебречь как не имеющими значения для техники, и формула примет такой вид:

$$\sigma = Ks.$$

Сорель следующим образом определял коэффициенты испарения некоторых примесей спирта-сырца. К смесям спирта и воды различ-

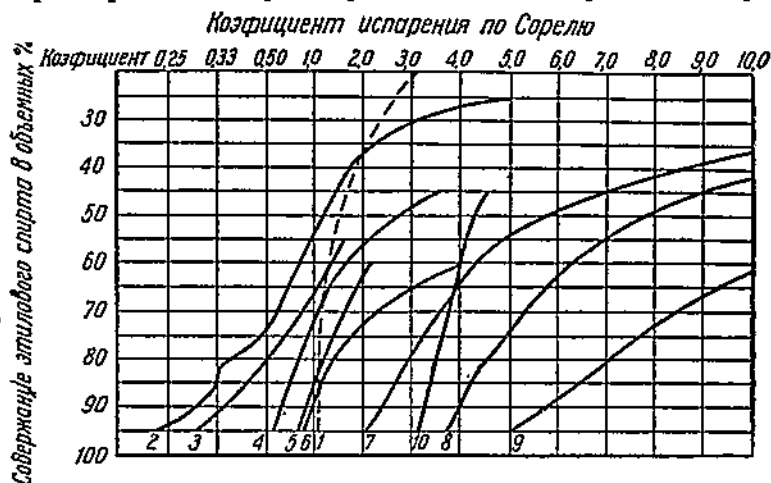


Рис. 1. Диаграмма коэффициентов испарения этилового спирта (K_a) и некоторые примеси спирта-сырца (K_n):

1 — этилового спирта; 2 — амилового спирта; 3 — изовалериано-изоамилового эфира; 4 — уксусноизоамилового эфира; 5 — изовалерианоэтилового эфира; 6 — изомасляноэтилового эфира; 7 — уксусноэтилового эфира; 8 — уксуснометилового эфира; 9 — муравьиноэтилового эфира; 10 — уксусного альдегида.

ной крепости он прибавлял определенные незначительные количества исследуемых примесей, составленные смеси подвергал перегонке, причем перегонный куб был тщательно защищен от лучеиспускания для устранения дефлегмации, и определял затем содержание примесей в дистиллате.

Сорель определил значения K для амилового спирта и для пяти сложных эфиров. Результаты его опытов и других исследователей, приведенные в табл. 3 и графически изображенные на рис. 1, показывают, что при одинаковом содержании этилового спирта в жидкости коэффициенты испарения веществ существенно отличаются друг от друга и что, с другой стороны, коэффициенты испарения

каждого из веществ в отдельности изменяются с изменением содержания этилового спирта жидкости, причем каждая примесь дает особую кривую.

Таблица 3

Коэффициент испарения K этилового спирта и его примесей

Содержание этилового спирта (в % объемных)	K_a этилового спирта	Коэффициент испарения примесей K_n								
		амилового спирта	изовалерано- изоамилового эфира	укусноизо- амилового эфира	изовалерано- этилового эфира	изомасляноэти- лового эфира	укусноэтило- вого эфира	укусномети- лового эфира	муравьиноэти- лового эфира	укусного альдегида
10	5,10	—	—	—	—	—	29,0	—	—	—
15	4,10	—	—	—	—	—	21,5	—	—	—
20	3,31	—	—	—	—	—	18,0	—	—	—
25	2,68	5,55	—	—	—	—	15,2	—	—	—
30	2,31	3,00	—	—	—	—	12,6	—	—	—
35	2,02	2,45	—	—	—	—	10,5	12,5	—	—
40	1,80	1,92	—	—	—	—	8,6	10,5	—	—
45	1,63	1,50	—	3,5	—	—	7,1	9,0	—	4,5
50	1,50	1,20	—	2,8	—	—	5,8	7,9	—	4,3
55	1,39	0,98	1,80	2,2	—	—	4,9	7,0	12,0	4,15
60	1,30	0,80	1,30	1,7	2,3	4,2	4,3	6,4	10,4	4,0
65	1,23	0,65	1,05	1,4	1,9	2,9	3,9	5,9	9,4	3,9
70	1,17	0,54	0,82	1,1	1,7	2,3	3,6	5,4	8,5	3,8
75	1,12	0,44	0,65	0,9	1,5	1,8	3,2	5,0	7,8	3,7
80	1,08	0,34	0,50	0,8	1,3	1,4	2,9	4,6	7,2	3,6
85	1,05	0,32	0,40	0,7	1,1	1,2	2,7	4,3	6,5	3,5
90	1,02	0,30	0,35	0,6	0,9	1,1	2,4	4,1	5,8	3,4
95	1,004	0,23	0,30	0,55	0,8	0,95	2,1	3,8	5,1	3,3

Точка кипения (в °C.)	78,3	132	196	137,6	134,3	110,1	77,1	56,0	54,1	20,8
-----------------------	------	-----	-----	-------	-------	-------	------	------	------	------

Из табл. 3 видно, что во всех случаях, когда перегоняемая жидкость содержала менее 55% (объемных) этилового спирта, коэффициент испарения прибавляемых примесей был больше единицы; количество примесей в дистиллатах по своей абсолютной величине всегда больше количества примесей в жидкостях, подвергавшихся перегонке. При содержании же этилового спирта свыше 55% (объемных) коэффициент испарения одних примесей был больше единицы, а других — меньше единицы, и абсолютное количество примесей в полученных дистиллатах в одних случаях было больше, в других случаях — меньше, чем в жидкости, подвергавшейся перегонке.

Барбе указал, что коэффициенты испарения K , предложенные Сорелем, не дают ясного представления о процессе удаления рассматриваемой примеси. В действительности содержание спирта в парах выше содержания его в исходной жидкости. Поэтому правильнее относить содержание примесей к количеству безводного спирта в парах.

2. Коэффициент ректификации K'

Д Е П

Барбе установил с помощью коэффициента испарения K Сореля новый коэффициент K' , названный им коэффициентом ректификации. Этот коэффициент выражает отношение содержания примеси в парах спирта к содержанию ее в спирте исходной жидкости. Чтобы получить коэффициент K' , достаточно разделить коэффициент испарения примесей K_n Сореля на коэффициент испарения этилового спирта K_a .

Для спирта крепостью 30° коэффициент амилового спирта по Сорелю $K_n = 3$, а коэффициент испарения этилового спирта крепостью 30° по объему составляет 2,307; отсюда коэффициент ректификации

$$K' = \frac{K_n}{K_a} = \frac{3}{2,307} = 1,30.$$

Итак, если спиртовая жидкость крепостью в 30° содержит 1 г амилового спирта на 100 мл этилового спирта, то выделяемые этой жидкостью пары имеют следующую крепость: $30 \cdot 2,307 = 69,21^\circ$ и содержат $1 \cdot 1,30 = 1,3$ г амилового спирта на 100 мл этилового спирта.

Из сказанного видно, что коэффициент K' действительно представляет собой коэффициент ректификации (очистки), так как он показывает фактическое изменение содержания примеси по отношению к этиловому спирту.

Пары водно-спиртовой жидкости крепостью 1° содержат в 33,2 раза больше сивушного масла, чем перегонявшаяся жидкость, но так как эти пары содержат в 9,9 раза больше этилового спирта, чем жидкость, из которой они образовались, то в парах в действительности спирта содержится только в $\frac{33,2}{9,9} = 3,3$ раза больше амилового спирта, чем в перегонявшейся жидкости.

Значения коэффициента ректификации K' , найденные, как мы только что объяснили, из коэффициента испарения K Сореля, приведены в табл. 4 и графически изображены на рис. 2.

Если коэффициент ректификации $K' = \frac{K_n}{K_a} = 1$, значит, отношение примесей спирта-сырца к этиловому спирту не изменилось при перегонке, или, другими словами, не удалось получить ни более чистого дистиллата, ни накопить в нем больше примесей.

Если $K' = \frac{K_n}{K_a} > 1$, то дистиллат получается более загрязненным, чем перегонявшаяся жидкость, т. е. примеси спирта-сырца, перешедшие в дистиллат, имеют характер головных паров.

Если $K' = \frac{K_n}{K_a} < 1$, то дистиллат чище перегонявшейся жидкости, т. е. примеси спирта-сырца, перешедшие в дистиллат, имеют характер хвостовых паров.

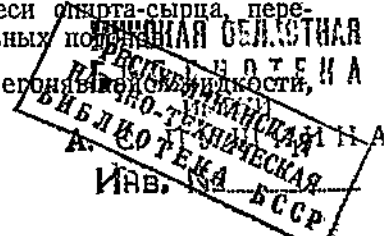


Таблица 4

Значение коэффициента ректификации K'

Содержание этилового спирта (в % объема)	Амило- вый спирт	Изовалериано- изоамиловый эфир	Уксусноизоами- ловый эфир	Изовалериано- этиловый эфир	Изомасляноэти- ловый эфир	Уксусноэтило- вый эфир	Уксуснометило- вый эфир	Муравьиноэти- ловый эфир	Уксусный альдегид
1	3,30	—	—	—	—	—	—	—	—
10	—	—	—	—	—	5,67	—	—	—
25	2,02	—	—	—	—	5,43	—	—	—
30	1,30	—	—	—	—	5,43	—	—	—
40	1,05	—	—	—	—	4,77	5,83	—	—
50	0,80	—	1,866	—	—	3,86	5,26	—	2,86
60	0,615	1,0	1,307	1,76	3,23	3,3	4,92	8	3,08
70	0,44	0,7	0,94	1,45	1,96	3,07	4,61	7,26	3,25
80	0,36	0,463	0,74	1,20	1,30	2,77	4,25	6,6	3,34
90	0,26	0,343	0,688	0,882	1,07	2,37	4,01	5,68	3,34
95	0,22	0,299	0,548	0,797	0,897	2,69	3,78	5,08	3,29
Точка кипения (в °C)	132	196	137,6	134,3	110,1	77,1	56,0	54,1	20,8

а содержащиеся в нем примеси спирта-сырца имеют характер хвостовых погон.

Уксусноэтиловый, уксуснометиловый, муравьинометиловый эфиры и уксусный альдегид по своему коэффициенту ректификации K' относятся к головным погонам, так как их коэффициенты ректификации всегда больше единицы, хотя они и уменьшаются в зависимости от увеличения содержания этилового спирта в перегоняемой жидкости.

Изомасляноэтиловый и изовалерианоэтиловый эфиры являются промежуточными погонями. В зависимости от крепости перегоняемой жидкости они бывают то головным погонем, то хвостовым. Промежуточными погонями принято называть примеси, превращение которых из головных в хвостовые происходит при крепости перегоняемого спирта выше 70°.

Наконец остальные три примеси спирта-сырца — уксусноизоамиловый эфир, изовалерианоизоамиловый эфир и амиловый спирт — относятся к хвостовым погоням, потому что их критические крепости, при которых они из хвостовых становятся головными погонями, не выше 60—70°. Например, амиловый спирт, представляющий собой главную составную часть сивушного масла, при крепости кипящей водно-спиртовой жидкости ниже 43° (по Барбе даже 36°),

имеет коэффициент испарения больший, чем у этилового спирта, т.е. делается более летучим, чем последний, хотя температура кипения водно-спиртовой жидкости указанной крепости достигает всего

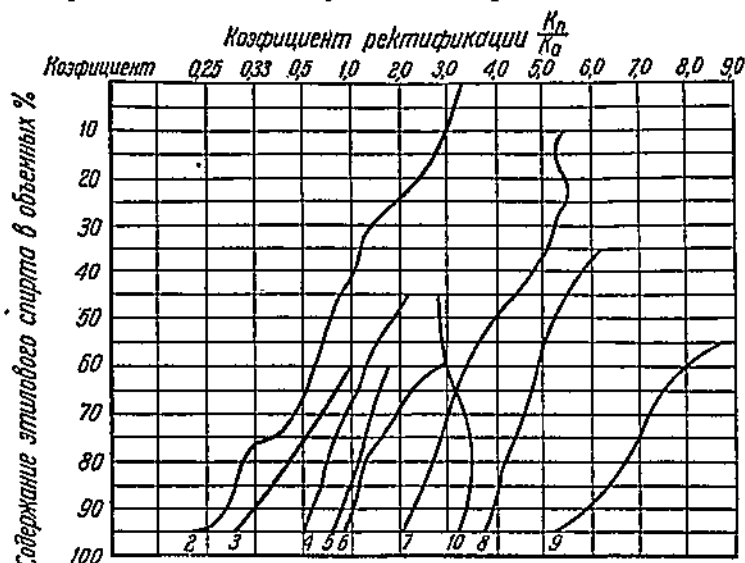


Рис. 2. Диаграмма коэффициентов ректификации некоторых примесей этилового спирта:

2—амилового спирта; 3—изовалернаноизоамилового эфира; 4—уксусноизоамилового эфира; 5—изовалернаноэтилового эфира; 6—изомасляноэтилового эфира; 7—уксусноэтилового эфира; 8—уксуснометилового эфира; 9—муравьиноэтилового эфира; 10—уксусного альдегида.

только 84° (приблизительно), в то время как температура кипения чистого амилового спирта 132°, а этилового спирта 78,3°.

При очистке спирта-сырца путем ректификации примеси всегда удаляются в виде паров.

3. Методы ректификации

Ректификацию спирта-сырца, как и перегонку бражки, можно производить в периодически действующих и непрерывно действующих ректификационных аппаратах.

Периодически действующий ректификационный аппарат наполняют определенным количеством спирта-сырца, подлежащего очистке (ректификации), и подвергают его перегонке до тех пор, пока из содержимого аппарата совершенно не будет отогнан весь спирт. Дистиллаты, непрерывно изменяющие свой состав, отводят из фомары отдельно, один за другим.

Метод непрерывно действующей ректификации основан на том, что спирт-сырец, подлежащий ректификации (очистке), непрерывно поступает в непрерывно действующий ректификационный аппарат, состоящий из нескольких колонн, а дистиллаты различного состава (например головной погон, чистый спирт-ректификат, сивушное масло) отводятся непрерывно и одновременно из различных колонн (иногда даже из разных мест колонны) — каждый через свой фонарь (эпруветку).

Непрерывно действующая ректификация применима только на крупных заводах, для которых она представляет ряд экономических выгод. В СССР преобладают крупные спиртовые заводы, и поэтому у нас применяется преимущественно метод непрерывно действующей ректификации.

ГЛАВА II

РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ДЕЙСТВИЯ

Ректификационный аппарат периодического действия впервые был сконструирован французским конструктором Д. Саваллем; с тех пор конструкция его почти не изменялась за исключением некоторых деталей.

Ректификационный аппарат периодического действия Савалля (рис. 3) состоит из: куба *а*, ректификационной колонны *б*, дефлегматора *в*, холодильника *г*, сортировочного фонаря *д*, сивухопромывателя (на рисунке не показан, так как он стоит в другом помещении) и парового регулятора *е*.

1. Куб

Куб ректификационного аппарата является одновременно и сборником спирта, подвергающегося ректификации, и парообразователем спиртового пара.

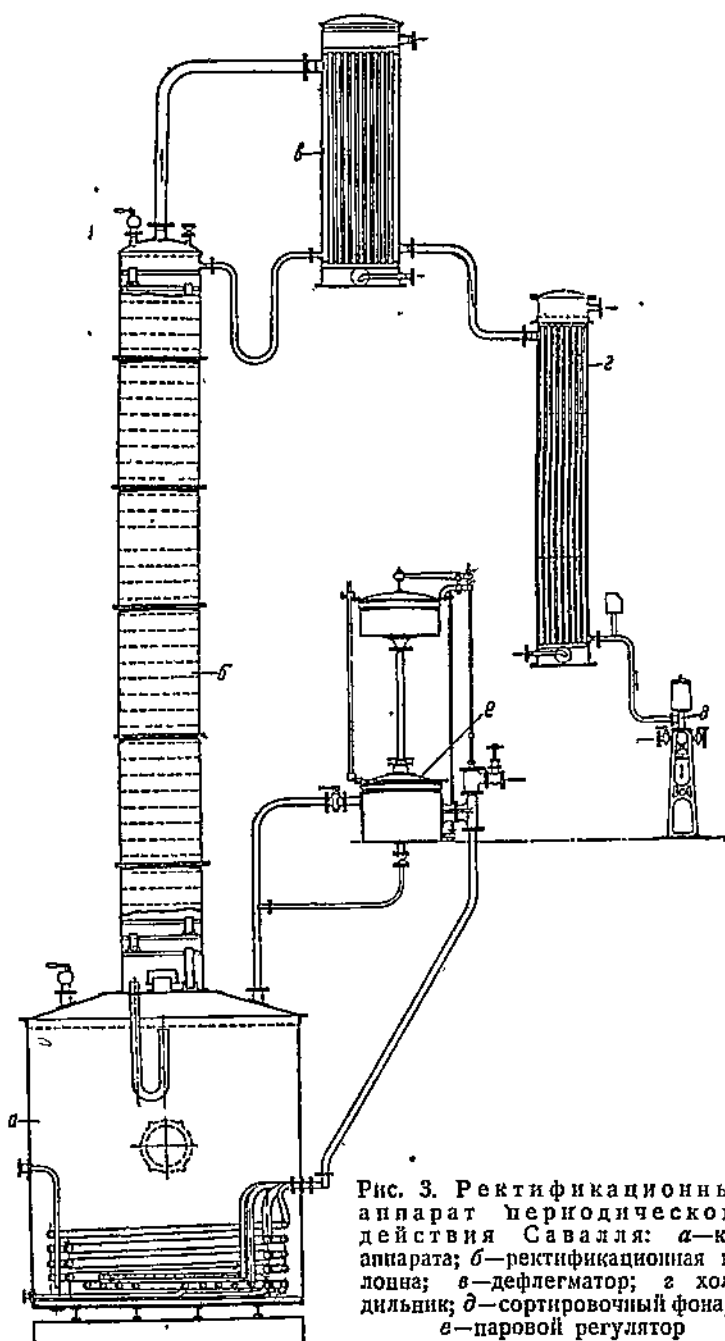
Вертикальный куб ректификационного аппарата, распространенного в СССР (рис. 4), имеет форму цилиндра, диаметр которого равен или несколько меньше его высоты. Изготавливают куб обычно из листового железа. Дно куба плоское, а крышка коническая, реже — сферическая, с горловиной в центре, на которую обычно устанавливают ректификационную колонну.

Недостатком вертикального куба является нарушение его герметичности в моменты пуска аппарата, т. е. в начале обогрева. Поэтому при его изготовлении необходимо особенно тщательно обрабатывать места соединения его частей.

Внутри куба помещается несколько змеевиков для нагрева перегоняемого спирта. Обычно помещают два змеевика: один для острого, а второй для мятого, или отработанного, пара. При потребности в большой поверхности нагрева добавляют третий змеевик. В этом случае два змеевика делают цилиндрические, а третий — спиральный и помещают его параллельно дну куба.

Для ускорения нагрева содержимого (навалки) куба, в особенности при кубах большой емкости, ставят еще барбатер, т. е. трубу с мелкими отверстиями, при помощи которой не только усиливается нагрев, но и размешивается содержимое куба.

Выходной конец каждого змеевика соединяют с автоматическим прибором (конденсационным горшком), отводящим конденсат



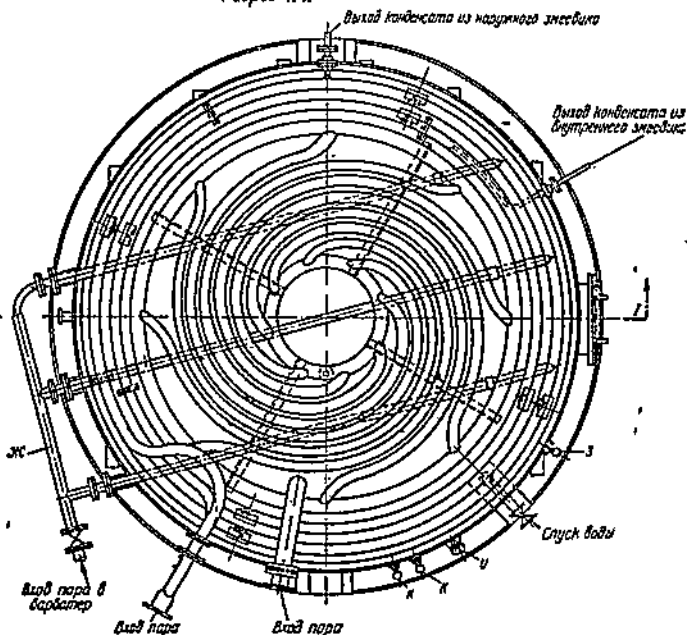
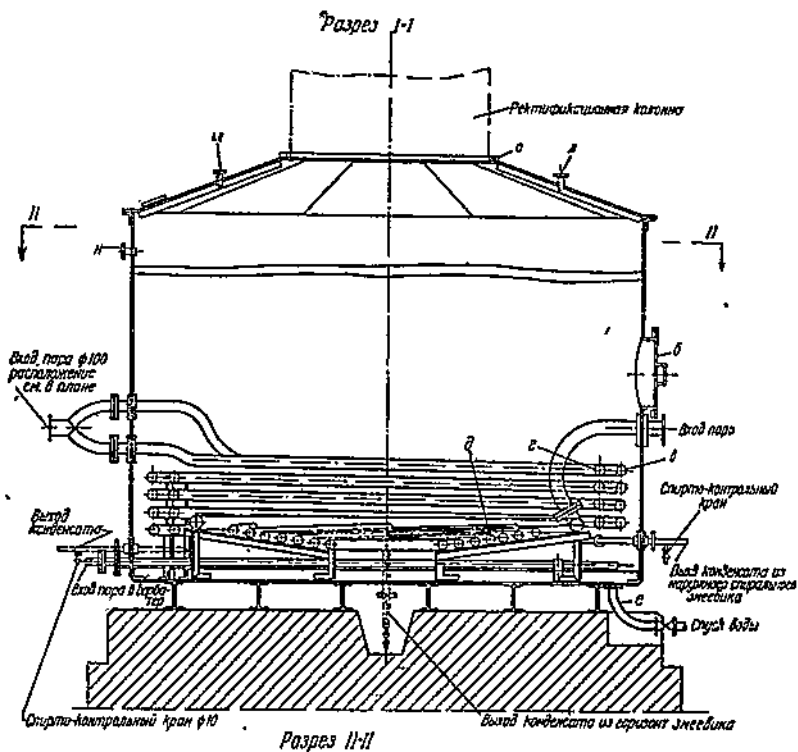


Рис. 4. Куб современного ректификационного аппарата Савалая: а — горловина; б — лаз; в — спиральный наружный змеевик; г — спиральный внутренний змеевик; д — горизонтальный змеевик; е — спуск воды; ж — барбатер; з — термометр; и — дистанционный термометр; к — водоуказательные стекла; л — штуцер для холодной воды; м — штуцер для парового регулятора; н — штуцер для отвода жидкости из парового регулятора в куб.

пара (т. е. воду). Эти концы должны иметь значительный уклон в сторону конденсационного горшка, чтобы внутренние поверхности змеевика были возможно меньше покрыты конденсационной водой, препятствующей передаче перегоняемой жидкости тепла через стенки змеевика.

На вертикальной стенке куба делается лаз такой величины, чтобы в случае надобности можно было вынуть через него части змеевиков и произвести необходимый ремонт.

До последнего времени емкость куба рассчитывали на возможно большее количество часов работы аппарата. Считалось наиболее рациональным строить куб на 48—60 час. нормальной производительности колонны.

Кубы малой емкости невыгодны, так как на подготовительные операции для производства ректификации расходуется столько же времени, как и для кубов большой емкости, благодаря чему на получение готовой продукции остается мало времени.

Толщина стенок вертикального куба определяется по котельной формуле, но к расчетной толщине обычно прибавляют 0,1 см ввиду свойства железа ржаветь.

Днище и крышку рассчитывают по соответствующим формулам (толщина их стенок больше, чем толщина вертикальных стенок куба).

В пароприемниках, работающих под давлением выше 1 ат, нельзя делать стенки тоньше 7 мм. Куб ректификационного аппарата хотя и является приемником спиртового пара, но работает под давлением всего только 0,2—0,25 ат. Поэтому законоположения о пароприемниках к нему неприменимы.

Поверхность нагрева змеевиков рассчитывают на передачу такого количества тепла, которое необходимо для превращения в пар всего количества спирта, получаемого в час, и всего количества погона, возвращаемого в течение часа из ректификационной колонны в куб.

Величина поверхности нагрева змеевиков обусловливается нормальной производительностью колонны: для колонны производительностью 100 л/час при рабочем давлении обогреваемого пара в 3 ат ставят змеевик в 5 м². Если в змеевики поступает мятый пар, то поверхность нагрева увеличивают до 7—8 м². При смешанном обогреве — мятым и острым паром — учитывают соотношение обоих видов пара при устройстве змеевиков.

Указанные поверхности нагрева относятся к змеевикам, сделанным из меди. В случае применения железных змеевиков поверхность нагрева должна быть на 25% больше.

По данным проф. А. А. Фукса¹⁾, на качество ректификата

¹ А. А. Фукс, Влияние разных видов пара, величины и формы парового змеевика на производительность ректификационного аппарата Савалля и на качество ректификата; журнал «Пищевая промышленность» № 8, 1929, приложение: «Вестник винокуренной промышленности», вып. 4-й.

влияет величина поверхности нагрева змеевиков, равно как и характер пара (перегретый или насыщенный). Разумеется, что от величины поверхности нагрева зависит и производительность аппарата.

Наиболее эффективно работающий змеевик спроектирован А. Круповесом¹ (рис. 5, I и II).

Змеевик состоит из кольцевой магистрали *a*, снабженной 10 патрубками *b*₁ — *b*₁₀, расположенными на одинаковом расстоянии друг от друга, и из 10 витков. Каждый виток *ж* змеевика изогнут в виде спирали; одним концом он присоединяется к патрубкам *b*₁ — *b*₁₀ кольцевой магистрали *a*, а другим — к патрубкам *в*₁, *в*₂, *в*₃ ... *в*₁₀ кольцеобразной трубы *г*, из которой конденсационная вода отводится через патрубок *д*. Пар поступает в кольцевую магистраль *a* по трубе *е*.

Кольцевую паровую магистраль *a* располагают горизонтально у периферии куба. При описанном устройстве обогревающей поверхности водно-спиртовая жидкость правильно циркулирует по всему кубу, что благоприятно отражается на его нагреве. У периферии куба происходит самое сильное кипение и образуются самые сильные восходящие токи жидкости, по мере же приближения к кольцеобразной трубе *г* сила их уменьшается. Внутри трубы *г*, где нет кипения, образуются нисходящие токи жидкости, уравновешивающие восходящие токи. Для быстрого стока конденсационной воды спирали змеевика располагают не в горизонтальной плоскости, а ступенчато, при этом патрубок *д* помещается внизу трубы *г*.

Коэффициент теплопередачи у змеевика системы Круповеса в пять раз больше указанного выше. Поэтому для аппаратов производительностью 100 л/час ставят змеевики с поверхностью нагрева всего в 1 м².

Величина коэффициента теплопередачи змеевика зависит от устройства системы для отвода образовавшейся в нем конденсационной воды. Вместе с конденсационной водой из змеевиков не должен уходить пар. Поэтому образовавшуюся воду отводят из самой нижней точки змеевика через конденсационный горшок.

Однако еще до сих пор в ректификационных цехах имеются змеевики, из которых вода отводится по трубам, идущим кверху, — почти на уровне входных штуцеров, через которые подается в змеевики пар. В этом случае змеевик наполнен водой, и коэффициент его теплопередачи в несколько раз ниже, чем у змеевика, заполненного только паром.

Поэтому конденсационные горшки необходимо ставить по крайней мере на 0,5 м ниже нижней точки змеевика, через которую отводится конденсат.

Конденсат, образующийся в змеевике, обогреваемом острым:

¹ Привилегия от 31 августа 1907 г. № 12330.

паром, после того как он прошел через конденсационный горшок, может быть поднят на значительную высоту (соответственно $\frac{3}{4}$ давления внутри змеевика). Для того, чтобы столб конденсата из

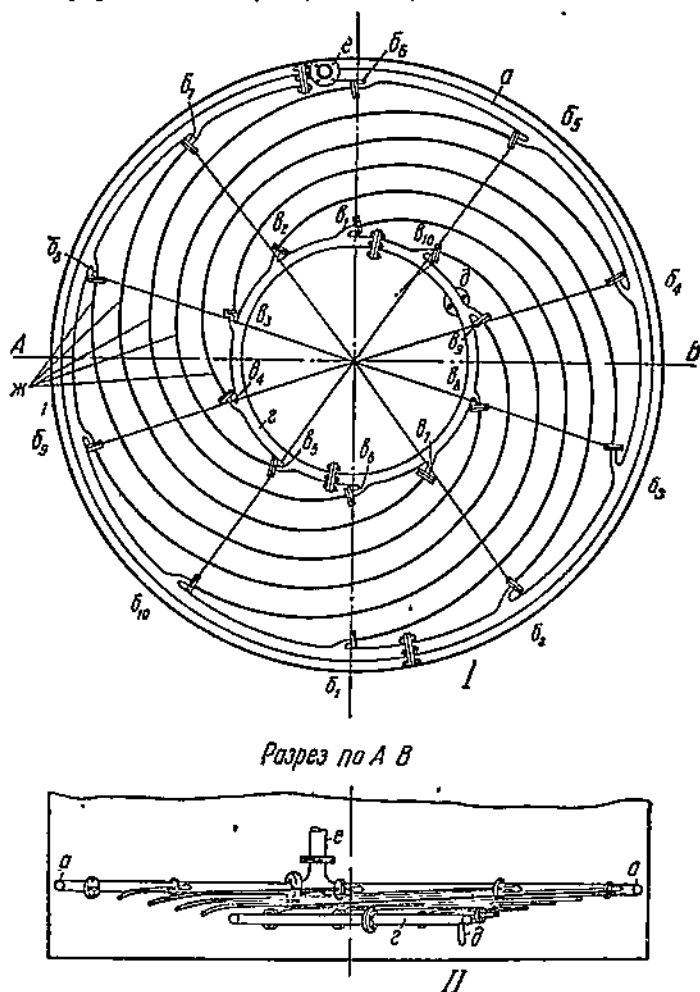


Рис. 5. Змеевик системы ниж. А. Круповеса:
 а—кольцевая магистраль; б₁—б₁₀—патрубки на кольцевой магистрали. в₁—в₁₀—патрубки кольцеобразной трубы в.
 г—кольцеобразная труба; д—патрубок для отвода конденсационной воды; е—труба, подводящая пар в кольцевую магистраль; ж—виток змеевика.

его трубопровода не давил на отводящий механизм конденсационного горшка, на его выходном штуцере в этом случае должен стоять обратный клапан.

Чем выше поднимается конденсат, полученный в змеевике, обогреваемом острым паром, тем больше давление внутри змеевика (при обычном давлении в аппарате в 2—2,4 м вод. ст.). Если требуется, например, поднять конденсат на 10 м выше конденсационного горшка, то внутри змеевика давление будет равно 14 м вод. ст., или 1,4 ат.

Конденсат острого пара не следует поднимать слишком высоко, так как получающимся при этом повышенным давлением вызывается разрушение змеевиков с тонкими стенками (они дают трещины) и разрыв сверток между фланцами.

Конденсационный горшок может обслуживать змеевики только с одинаковым давлением. Для змеевика, обогреваемого мятым паром, ставится отдельный конденсационный горшок, конденсат из которого не может высоко подниматься.

Конденсационный горшок хорошо работает только при нормальной производительности, а не максимальной, обычно указываемой в каталогах.

Нормальной производительностью конденсационного горшка принято считать $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{5}$ максимальной производительности. Расчет конденсационного горшка ведут на 1 дкл I сорта спирта производительности аппарата.

Пример. На 1 дкл спирта I сорта должно быть израсходовано не более 12 кг пара. При производительности аппарата 100 дкл/час расходуется, следовательно, 1200 кг пара. Столько же получается и килограммов конденсата.

Таблица 5

Размеры и производительность конденсационных горшков, изготавливаемых в СССР

Симплекс Главармалита			Рapid Глав-армалита.			Автомат			Система Шнейдер-Гельмеке с закрытым поплавком			
№ горшка	Условный проход отверстия фланца (в мм)	Максимальная производительность (в л час)	№ горшка	Условный проход отверстия фланца (в мм)	Максимальная производительность (в л час)	№ горшка	Условный проход отверстия фланца (в мм)	Максимальная производительность (в л час)	Фастовский завод	Киевский завод им. Артема		
										Условный проход отверстия фланца (в мм)	Производительность (в кг час)	
											максимальная	фактическая
2 1/2	25	1150	00	13	450	1	13	400	1	40	6900	1680
3	32	2750	0	19	850	2	19	800	2	60	11100	2760
5	50	6100	1	25	1050	3	25	2460	3	80	21000	5220
—	—	—	3	32	5000	4	32	4920	4	100	35400	9000
—	—	—	4	50	9000	5	38	7300	5	125	63000	15600
—	—	—	—	—	—	6	50	9840	—	—	—	—

Максимальная производительность конденсационного горшка в четыре раза больше нормальной, т. е. равна $1200 \times 4 = 4800$ кг/час.

При определенной указанной максимальной производительности и температуре внутри змеевика в 110° 1 кг воды будет иметь объем 1,05 л. Следовательно, из змеевика будет отходить 5040 л воды.

Как показывает табл. 5, в данном случае надо установить конденсационный горшок системы «Рapid» № 3 или «Симплекс» № 5 (можно удовлетвориться и «Автоматом» № 4), снабженный открытым поплавком, либо конден-

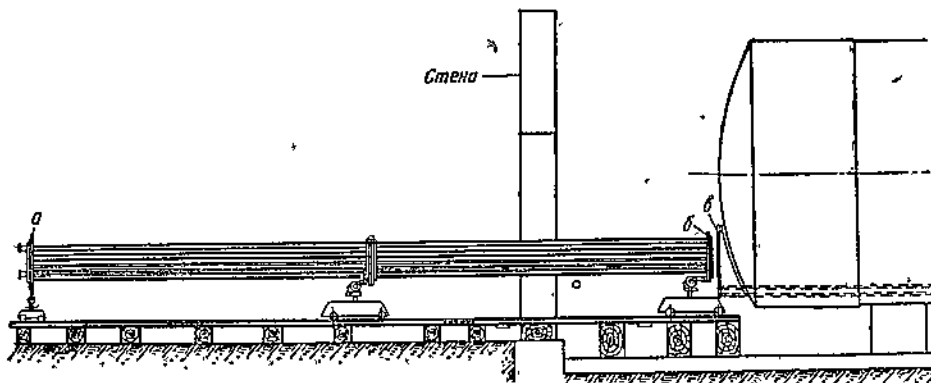


Рис. 6. Нагревательная трубчатка: а—передняя распределительная коробка; б—задняя распределительная коробка; в—горловина переднего дна куба

сационный горшок системы Шнейдер-Гельмеке № 1 с закрытым поплавком. Диаметр отверстия фланца должен быть равен 40 мм. При установке указанных горшков получается значительный запас производительности.

Горизонтальный куб. В последнее время в спиртовой промышленности стали применять также горизонтальные кубы, главным преимущество которых является их герметичность: при разогреве они равномерно расширяются, без резких деформаций штампованных сферических днищ.

Горизонтальные кубы оборудуются не змеевиками (их трудно ремонтировать и кроме того они не обеспечивают герметичности фланцевых соединений), а нагревательными трубчатками (рис. 6).

Нагревательная трубчатка имеет две распределительные коробки а и б для пара с закрепленными в них трубами.

Трубы располагают в шахматном порядке для лучшего использования площади распределительных коробок.

Распределительная коробка а крепится к горловине в переднего днища куба. Распределительная коробка б остается свободной, так как она поддерживается на рельсах роликами. Такая конструкция трубчатки дает возможность свободно расширяться трубам; благодаря этому достигается полная герметичность труб в распределительных коробках и удлиняется срок службы трубчатки.

Толщину стенок горизонтального куба рассчитывают так же, как толщину стального цилиндрического сосуда.

Стенки горизонтального куба делают толще стенок вертикального куба, вследствие чего и стоимость его больше, однако это компенсируется его преимуществами при эксплуатации.

Если на горизонтальный куб устанавливают колонну непосредственно, то кубу придают соответствующую жесткость путем устройства внутри него специальных конструкций, принимающих на себя нагрузку колонны и распределяющих ее на весь куб.

Куб снабжается следующей арматурой: водомерными кранами со стеклянными трубками для указания уровня жидкости в кубе; кранами для выпуска спирта и воды в куб; паровыми вентилями; краном для выпуска остающейся в кубе воды после окончания перегонки; пробными кранами на отводных от паровых змеевиков трубах для контроля плотности змеевиков, т. е. для выяснения, не проникает ли в них спиртовая жидкость, теряющаяся в этом случае безвозвратно; воздушным клапаном, автоматически предохраняющим от образования внутри куба и (главным образом) в колонне безвоздушного пространства, при котором вследствие наружного давления может сплюснуться аппарат и нарушиться его герметичность; термометром, показывающим температуру в разных стадиях перегонки.

Давление в кубе в процессе работы показывает паровой регулятор; он же заменяет и предохранительный клапан, обычно не устанавливаемый, так как куб сообщается с атмосферой через ректификационную колонну, дефлегматор и холодильник.

Паровое пространство куба сообщается с паровым пространством нижнего резервуара парового регулятора, посредством которого поддерживается постоянное давление в кубе во время работы аппарата.

Пружинный манометр не следует ставить, так как он плохо показывает давление ниже 0,3 ат. Рациональнее устанавливать водяной указатель давления или применяемый в американских аппаратах фирмы Е. Баджер вакуумпрерыватель, водоуказательное стекло которого одновременно показывает и давление.

2. Ректификационная колонна

В ректификационной колонне происходит собственно ректификация (укрепление спиртовых паров и освобождение ректификуемого спирта от имеющихся в нем примесей). Сначала выделяются головные примеси. Несмотря на незначительное содержание в спирте головных примесей, процесс выделения их на периодически действующих ректификационных аппаратах является наиболее трудным и продолжительным. Выделить все головные примеси не удастся, и они долго сопровождают ректификуемый спирт.

После отбора головных примесей из спирта, находящегося в кубе, начинается собственно ректификация, или укрепление этилового спирта, и длится она до тех пор, пока не начнут выделяться хвостовые примеси.

Выделением хвостовых примесей заканчивается процесс работы ректификационной колонны. Из ректификационной колонны все примеси и готовая продукция получаются в виде спиртового пара, который поступает в дефлегматор и холодильник.

Колонна состоит из нескольких частей, или звеньев (царг), соединенных между собой железными фланцами. Ректификационную колонну всегда ставят выше куба для того, чтобы погон (флегма) мог поступать в него самотеком. Обычно колонну устанавливают на крышке железного куба. В случае необходимости ее можно устанавливать и отдельно от куба — на балках или кронштейнах. Расположение колонны непосредственно на кубе несравненно прочнее и дает большую устойчивость, но зато установка колонны отдельно от вертикального куба дает возможность не снимать и не разбирать колонну для того, чтобы вынуть змеевики из куба. (Правда, надобность в выемке змеевиков встречается очень редко).

Ректификационные колонны соответственно конструкции их тарелок называются ситовыми и колпачными. В колпачных колоннах применяются разнообразные колпачки: круглые, кольцеобразные и щелевые. Колпачные ректификационные колонны в сечении делаются круглыми либо прямоугольными. При ситовой ректификационной колонне самая нижняя тарелка всегда делается с одним центральным колпаком (по типу обыкновенной бражной тарелки). Сливную трубку погружают в жидкость куба возможно глубже, для того чтобы конец ее был погружен в перегоняемую жидкость до самого конца сгонки.

Если ректификационная колонна установлена отдельно от куба, то на кубе устанавливают промежуточную колонку (называемую пеноломом), внутри которой имеется перегородка, задерживающая капли, уносимые спиртовым паром из куба. Поступающий в промежуточную колонку спиртовой пар поднимается вверх и, огибая перегородку, направляется через боковой штуцер в нижнюю часть ректификационной колонны под первую снизу тарелку (рис. 7).

В таком случае нижнее дно устраивается со сливным штуцером для отвода погона из колонны в нижнюю часть куба. Очень важно, чтобы штуцер на промежуточной колонне имел достаточные размеры, иначе при большой скорости спиртового пара в соединительной спиртовой трубе ректификационная колонна будет работать с меньшей производительностью. Максимальная производительность ректификационной колонны получается в том случае, когда площадь штуцера равна площади всех отверстий ректификационной тарелки этой колонны. Во всяком случае площадь штуцера, по ко-

торому спиртовой пар поступает в колонну, не должна быть меньше половины площади отверстий тарелки, через которые спиртовой пар поступает в ректификационную колонну. Однако в этом случае давление в кубе аппарата несколько повышается.

Производительность колонны также повышается, если установить дополнительный штуцер для отвода спиртовых паров из куба. Производительность ректификационной колонны, стоящей отдельно

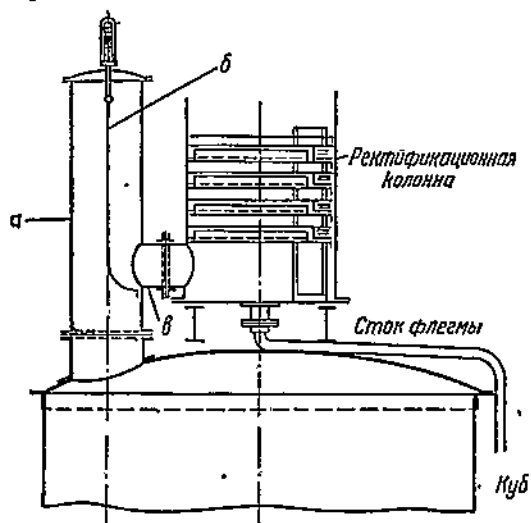


Рис. 7. Промежуточная колонка: а — промежуточная колонка; б — перегородка, задерживающая капли; в — штуцер для присоединения к ректификационной колонне.

от куба, сильно зависит от площади соединительного штуцера. Так, производительность отдельно стоящей колонны, получающей спиртовой пар по штуцеру, площадь сечения которого в три раза меньше площади живого сечения ректификационной тарелки, на 40—50% меньше производительности колонны тех же размеров и работающей в одинаковых условиях, но стоящей на кубе.

Точно так же крайне важно правильно устроить отвод спиртового пара из колонны в дефлегматор и холодильник. Не следует ставить отводящие трубы слишком ма-

лого диаметра, так как они требуют повышенного давления, и кроме того количество спиртового пара, отводимого из колонны и дефлегматора, сокращается. Ректификационная колонна должна быть оборудована следующей арматурой: краном в верхней части колонны для промывки ее водой; паровым вентилем для пропаривания паром; дроссельным клапаном, закрывающим отверстие для выхода паров из колонны при пропаривании ее, и воздушным клапаном на крышке колонны для автоматического впуска воздуха в случае внезапного образования вакуума внутри ректификационной колонны.

Тарелки ректификационной колонны. Самыми простыми и в то же время наиболее дешевыми тарелками являются ситовые. Колпачные же наиболее надежны в работе. Применением колпачковой или иной формы стремятся либо увеличить путь, проходимый погоном при перетекании жидкости с одной тарелки на другую, либо увеличить длину линии барботажа, по которой спиртовые па-

ры проникают в массу погона на каждой тарелке. Чем длиннее путь, проходимый погоном в колонне, и чем длиннее линия, по которой пары проникают сквозь погон (флегму), тем лучшего качества получается ректификат; при более длинном пути погон отдает большее количество заключающегося в нем спирта, а при длинной линии барботажа пара сквозь погон кипение последнего происходит спокойнее — без перебрызгивания с нижних тарелок на верхние. В ректификационных колоннах применяются тарелки следующих систем: ситовые, спиртовые тарелки двойной выварки, тарелки с многими круглыми колпачками, с кольцеобразными и с прямыми колпачками (щелевыми).

Ситовые тарелки имеют плоское дно. Диаметр просверленных отверстий равен 2,5—3,5 мм. Для стока погона между ситами расположены сливные трубки (рис. 8).

Спиртовый пар, поднимаясь сквозь отверстия сита вверх, не позволяет погону (флегме), собирающемуся на сите, протекать через отверстия вниз. Погон остается на сите до тех пор, пока уровень его не поднимется выше края сливной трубы и излишек погона не начнет стекать вниз.

Сливная трубка имеет гидравлический затвор. Ее нижний конец спускают в сливную чашку, всегда заполненную погоном. Пар, проходя сквозь слой погона тонкими струйками, конденсируется, погон нагревается и начинает кипеть, т. е. происходит собственно ректификация.

Ситовые тарелки не удобны в работе, так как при остановке аппарата и падении давления все содержимое тарелок стекает через отверстия сит в куб; в связи с этим при возобновлении работы аппарата приходится затрачивать время на приведение колонны в то состояние, в котором она находилась перед остановкой.

Достоинством ситовых тарелок является их дешевизна, простота изготовления и малый вес по сравнению с тарелками других систем. Коэффициент полезного действия ситовых тарелок колеблется от 0,6 до 0,8 в зависимости от их размеров и способа изготовления. При работе с ситовыми тарелками особенно важно соблюдать горизонтальность их расположения. Во избежание прогиба тарелок у колонн больших диаметров такие тарелки скрепляются стяжными болтами с распорными трубками между отдельными тарелками. При прогибе тарелок сильно снижается коэффициент их полезного действия. При установке сита должны плотно прилегать к стенкам корпуса колонны.

Величину ситовых тарелок устанавливают в зависимости от скорости движения пара через отверстия в ситах. В среднем она равна 5—6 м/сек и больше

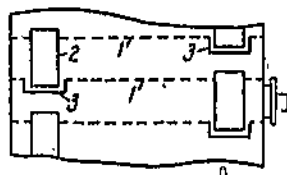


Рис. 8. Ситовая тарелка: 1 — тарелка с отверстиями; 2 — сливная трубка; 3 — сливная чашка.

Для ориентировочного определения диаметра ситовых тарелок принимают скорость пара в свободном сечении колонны по Торману в 0,6 м/сек и расчет ведут по следующей формуле:

$$d = \sqrt{\frac{V_c \cdot 4}{v \cdot \pi}}, \quad (1)$$

где V_c — объем паров, поднимающихся с верхней тарелки ректификационной колонны в 1 сек.; v — скорость паров в свободном сечении колонны.

Объем спиртовых паров, поднимающихся с верхней тарелки ректификационной колонны в 1 сек., равен секундной производительности колонны, принимаемой равной единице плюс погон, возвращающийся из дефлегматора. Количество возвращающегося погона зависит от числа тарелок и от крепости готовой продукции. При крепости получаемого с аппарата ректификата в 95,5—95,7° по Траллесу погонное число равно 2—2,5 и может достигать 3. Следовательно, в первом случае объем поднимающихся в 1 сек. паров будет $2,0 + 1 = 3,0$ объема секундной производительности аппарата.

Пример. Чтобы определить объем спиртового пара, получаемого в течение 1 сек. в колонне производительностью 87 дкл ректификата I сорта крепостью 95,5% (объемных), надо: часовую продукцию, выраженную в объемных единицах, перевести в весовые, а крепость, выраженную в объемных процентах, — в весовые проценты. Крепости 95,5% (объемных) соответствуют 93,2% весовых, при удельном весе 0,8145, т. е. 1 дкл этого спирта весит 8,145 кг.

Следовательно, вес часовой продукции равен:

$$87 \cdot 8,145 = 708,6 \text{ кг},$$

а вес секундной:

$$708,6 : 3600 = 0,197 \text{ кг}.$$

С верхней тарелки в секунду выделяется трехкратное количество спиртовых паров, т. е.

$$0,197 \cdot 3 = 0,591 \text{ кг}.$$

Вес спиртовых паров, выделяющихся на верхней тарелке в течение 1 сек., надо выразить в объемных единицах, что легко сделать при помощи таблицы удельных весов и удельных объемов водно-спиртовых паров. Из таблицы видно, что при крепости в 93,2% весовых объем 1 кг спиртового пара при температуре кипения и давлении 1 ат равен 0,6924 м³, а при давлении в 1,1 ат равен 0,6291 м³.

В случае отсутствия таблицы этот объем вычисляют при помощи константы этилового спирта $R_a = 18,4$ и константы водяного пара $R_b = 47$. По этим константам находят константу спирта, испаряющегося на верхней тарелке, являющуюся средним пропорциональным между R_a и R_b .

В нашем примере для крепости спирта в 93,2% весовых константа спирта

$$R_c = \frac{93,2 R_a + 6,8 R_b}{100} = \frac{93,2 \cdot 18,4 + 6,8 \cdot 47}{100} = 20,35$$

при этом объем 1 кг спиртовых паров определяют по формуле

$$v = \frac{R_c T}{p}, \quad (2)$$

где R_c — константа спирта;

T — абсолютная температура кипения ($T = t + 273^\circ$);

p — давление, выраженное в кг/см^2 (атмосферное давление равно 10 333 мм вод. ст.).

Таким образом при температуре кипения t в $78,5^\circ$

$$T = 78,5 + 273 = 351,5^\circ.$$

Давление внутри колонны на верхней тарелке принимаем равным 1,1 ат.

Пользуясь приведенными данными, вычислим объем 1 кг спиртовых паров при следующих условиях:

1) при атмосферном давлении (p_0):

$$V = \frac{R_c T}{p_0} = \frac{20,35 \cdot 351,5}{10\,333} = 0,6924 \text{ м}^3;$$

2) при рабочем давлении в 1,1 ат:

$$V = \frac{R_c T}{p} = \frac{20,35 \cdot 351,5}{1,1 \cdot 10\,333} = 0,6291 \text{ м}^3.$$

Выгоднее пользоваться большим объемом. В нашем примере объем спиртового пара, выделяющегося в колонне в течение 1 сек., равен:

$$0,6924 - 0,591 = 0,409 \text{ м}^3.$$

Имея все данные, можно вычислить диаметр колонны d :

$$d = \sqrt{\frac{V_c \cdot 4}{v \cdot \pi}} = \sqrt{\frac{0,409 \cdot 4}{0,6 \cdot 3,14}} = 0,932 \text{ м}.$$

Площадь отверстий в ситовой тарелке (площадь живого сечения тарелки) обычно составляет от 3 до 8% площади сечения колонны.

Общую площадь отверстий в тарелке часто определяют по эмпирическим формулам.

При диаметре отверстий в тарелке 2,5 мм и высоте слоя погона 20 мм применяют формулу (3):

$$a = 0,9 A, \quad (3)$$

где a — сумма площадей всех отверстий на тарелке в см^2 и A — число литров спирта, получаемого в час.

Если же диаметр отверстий равен 3,5 мм, а высота слоя погона — 30 мм, то формула эта принимает следующий вид:

$$a = 1,05 A. \quad (4)$$

По Небелю для получения 100 л спирта в час сумма площади всех отверстий должна быть равна 100 см^2 .

Отверстия в тарелках располагают по углам равностороннего треугольника, причем расстояние между центрами отверстий равно 11—13 мм. В этом случае для получения 100 л спирта в час диаметр колонны должен быть равен 550—600 мм.

Отверстия диаметром больше 5 мм не рекомендуется делать во избежание переброса перегоняемой жидкости и ухудшения процесса ректификации. Расстояние между ситовыми тарелками колеблется в пределах 140—180 мм в зависимости от диаметра колонны и высоты слоя погона, который в данном случае является гидравлическим затвором тарелки. При большом диаметре колонны для создания удлиненного пути погона при движении от одной сливной

трубки к другой к тарелке приклепывают с верхней ее стороны 3—4 медных угольника размером $30 \times 20 \times 1,5$ мм.

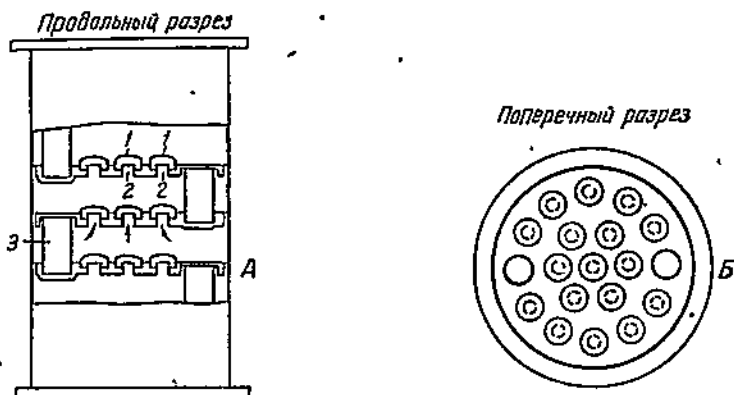


Рис. 9. А и Б. Тарелка с круглыми колпачками: 1—круглые колпачки; 2—паровые патрубки; 3—сливная труба

Тарелки с круглыми колпачками. Так как при употреблении тарелки с одним центральным колпаком линия барботажа слишком мала, то возникла необходимость увеличить эту линию. Для этой цели были установлены несколько меньших размеров колпачки, накрывающие каждый свой паровой патрубок в отдельности (рис. 9). Линия барботажа значительно увеличилась, но качество барботажа не улучшилось.

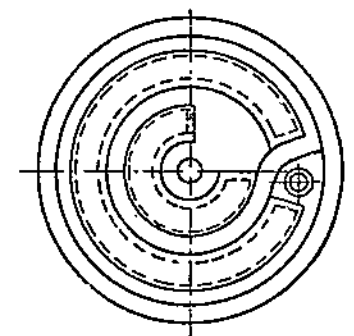


Рис. 10. Тарелка с кольцеобразными колпачками: 1—кольцеобразные колпачки; 2—кольцеобразные паровые патрубки; 3—сливные трубы.

Тарелки с кольцеобразными колпачками. Тарелка с круглыми колпачками не дала желаемого эффекта. В результате изучения движения по ней погона была создана тарелка с кольцеобразными колпачками (на рис. 10). Колпачки имеют форму незамкнутого кольца. Путь погона получился длинный, так как сливные трубки расположены попеременно: одна в центре тарелки, а другая около стенки колонны. Паровым патрубкам придали кольцеобразную форму. Эти тарелки также не дали должного эффекта, и вдобавок стоимость их изготовления оказалась очень высокой.

Тарелки с прямыми колпаками (щелевые). В целях улучшения качества барботажа и удлинения линии движения погона, а также

в целях борьбы с большими потерями спирта при ректификации фирма Д. Савалль (в Париже) предложила тарелку с прямыми колпаками прямоугольной формы (рис. 11). Но и эта тарелка особых преимуществ не давала, так как хорошего раздробления пузырьков спиртового пара (барботаж) достигнуть не удалось (правда, потери спирта при ректификации сократились). Кроме того повысилась стоимость колонны (благодаря ее форме требовалась более толстая медь). Однако в 90-х годах прошлого столетия вследствие того

Продольный разрез

Поперечный разрез

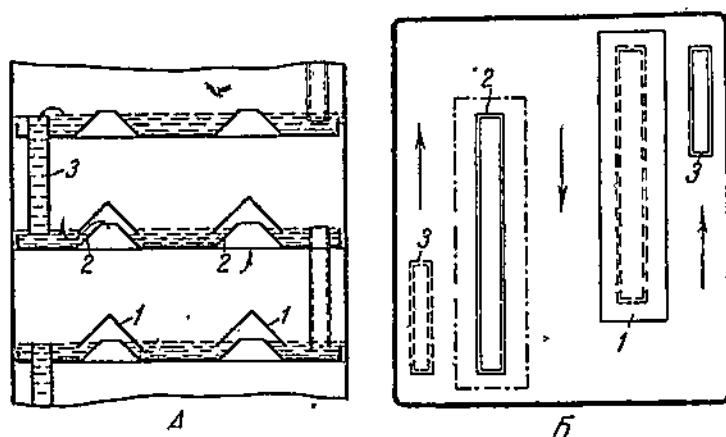


Рис. 11. А и Б. Тарелка с прямыми колпаками (щелевая): 1—прямые колпаки; 2—прямые паровые патрубки; 3—сливные трубы.

что потери при ректификации получались меньше, было установлено много таких аппаратов прямоугольной формы с тарелками с прямыми колпаками.

Фирма Борман Шведе и К° несколько видоизменила тарелку (рис. 12), поставив вместо небольшой сливной трубки прямоугольной формы сливную трубку во всю узкую сторону тарелки со сливом погона то на одной, то на другой узкой стороне. Это дает возможность устанавливать прямоугольные колпаки параллельно движению погона, и погон медленно течет по всей тарелке. Кипение происходит спокойно, и перебросов жидкости с тарелки на тарелку почти не наблюдается; тарелки этой формы не только уменьшили потери, но и повысили производительность всей колонны.

Расчет тарелок ректификационной колонны. Размер тарелки обуславливается скоростью движения спиртового пара через ее отверстия. Скорость эта колеблется в пределах 4,5—6 м/сек. При расчете колпачных тарелок необходимо соблюдать следующее соотношение:

$$S_1 = S_2 = S_3, \quad (5)$$

где S_1 — площадь парового патрубка;
 S_2 — площадь между верхом патрубка и колпачком;
 S_3 — площадь пространства между боковыми стенками патрубка и колпачка.

Сливные трубки тарелок ректификационной колонны рассчитываются по формуле Френчиса для воды (все величины выражены в метрах):

$$V = 1,85 L \cdot H^{1,5}, \quad (6)$$

где V — объем жидкости, стекающей в 1 сек.;
 L — окружность сливного отверстия;
 H — добавочная высота слоя над краем сливного стакана.

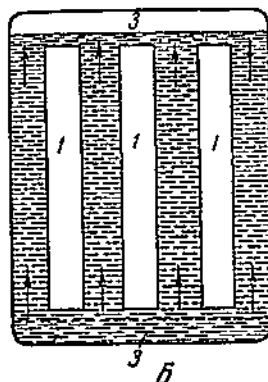
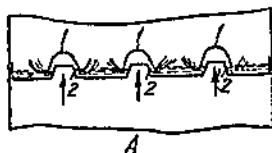


Рис. 12. А и Б. Тарелка с прямыми колпаками системы Борман-Шведе:
 1 — прямые колпаки;
 2 — прямые паровые патрубки;
 3 — сливные перегородки.

Высота слоя H относительно невелика. Ее обычно устанавливают заранее и для тарелок ректификационных аппаратов принимают равной 0,1 от высоты слоя погона на тарелке. Высота слоя погона на тарелке обычно равна 30—45 мм при расположении нижнего края колпачка на расстоянии 15—25 мм от дна тарелки, а гидравлический затвор при колпачных тарелках не превышает 10—20 мм. При ситовых тарелках конец сливной трубки на нижерасположенной тарелке погружается в сливную чашечку для образования постоянного гидравлического затвора. Размеры сливной чашечки устанавливают в соответствии с площадью сечения сливной трубки. Площадь сливной чашечки должна составлять не менее двух площадей, а обычно даже 2,25—2,75 площади сливной трубки. Глубина сливной чашечки колеблется в пределах 35—45 мм. Расстояние нижнего конца сливной трубки от дна чашечки во избежание забивания сливных трубок должно быть не меньше 12—18 мм.

3. Дефлегматоры

Периодически действующие ректификационные аппараты обычно снабжаются трубчатыми дефлегматорами Савалля, главной задачей которых является питание колонны погоном.

В последнее время некоторые иностранные фирмы ставят дефлегматоры нового типа с горизонтально расположенными охлаждающими трубками. Постановкой дефлегматоров нового типа стремятся уменьшить необходимую поверхность нагрева и высоту помещения для ректификационного аппарата. Неудобство дефлегма-

тора этого типа заключается в том, что в случае необходимости чистки поверхности охлаждения его на ходу аппарата этого сделать нельзя.

Вертикальные же трубчатые дефлегматоры позволяют производить чистку охлаждающих трубок во время работы аппарата.

Дефлегматор Савалля состоит из цилиндра (рис. 13), в который с обоих концов вставлены днища с просверленными отверстиями и укрепленными в них тонкостенными трубками. В пространство между стенками цилиндра и трубками поступает спиртовой пар из ректификационной колонны, а в пространство между глухим днищем и днищем, в котором укреплены трубки, подводится вода; она проходит через трубки и вытекает из верхней части цилиндра. Спиртовые пары, сгустившись в межтрубном пространстве, представляют собой погон (флегму), который отводится из самой нижней точки межтрубного пространства (по изогнутой U-образной трубе) на верхнюю тарелку ректификационной колонны. Применение U-образной трубы предохраняет от проникновения спиртового пара в дефлегматор, что препятствовало бы стоку погона и нарушало бы правильное действие дефлегматора. Несгустившиеся спиртовые пары удаляются через специальный штуцер в холодильник, расположенный выше штуцера, отводящего погон в ректификационную колонну.

Для увеличения скорости и удлинения пути прохождения спиртовых паров в межтрубном пространстве часто ставят три-четыре частично не доходящие до стенок цилиндра перегородки с отверстиями для прохода трубок.

Дефлегматор работает по принципу параллельного тока спиртовых паров и погона. Применение противотока спиртовых паров и погона не дает того эффекта, который получается в устанавливаемых

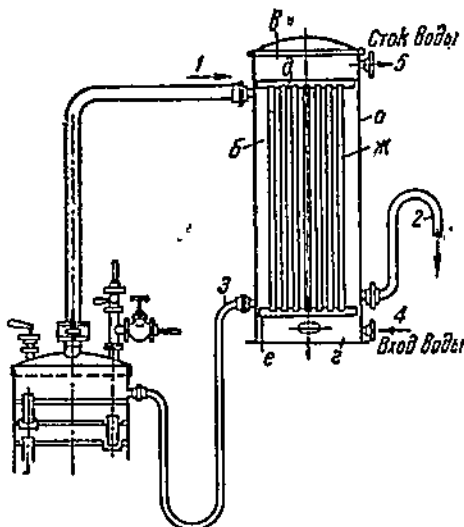


Рис. 13. Дефлегматор Савалля: а — цилиндр дефлегматора; б — спиртовое пространство дефлегматора; в — верхняя водяная камера; д — верхняя трубчатая решетка; е — нижняя трубчатая решетка; ж — трубки, по которым движется охлаждающая вода; 1 — вход спиртового пара в спиртовое пространство дефлегматора; 2 — выход спиртового пара в холодильник; 3 — отвод погона в ректификационную колонну; 4 — вход охлаждающей воды; 5 — выход нагретой воды из дефлегматора.

в последнее время дефлегматорах нового типа. В них погон сильнее подвергается испарению, и потому спирт получается большей крепости, так как в дефлегматорах нового типа применяется многооборотная система охлаждения водой, вследствие чего коэффициент теплопередачи K значительно увеличивается.

Некоторые конструкторы изменяют путь прохождения спиртовых паров и воды: пар пускают по трубкам, а воду — между трубками. Но в этом случае затруднена чистка наружных поверхностей трубок от накипи, и полезное действие поверхности дефлегматора таким образом уменьшается, а расход воды увеличивается. При прохождении спиртового пара по многим трубкам каждая из них представляет собой как бы самостоятельный дефлегматор; между тем добиться того, чтобы в каждую трубку поступало одинаковое количество спиртового пара, почти невозможно, и поэтому дефлегмация получается неравномерной.

Достоинства трубчатого дефлегматора следующие: хорошая сопротивляемость при переохлаждении, вследствие чего при внезапном вакууме он не претерпевает смятия; относительно небольшой объем воды; поверхность охлаждения может быть сделана любой величины.

Его недостатком является высокая стоимость изготовления вследствие применения цельнотянутых медных труб, притом тонкостенных (для лучшей передачи тепла).

Количество погона, необходимое для ректификационной колонны, зависит главным образом от крепости готового продукта (ректификата I сорта) и от числа тарелок в ректификационной колонне.

Отношение количества погона, возвращаемого в течение часа в колонну, к получаемому готовому продукту за то же время называется погонным числом и обычно обозначается через K . В периодически действующих ректификационных аппаратах это число сильно колеблется (в пределах от 2,0 до 7).

При большой крепости ректификата (96,5° по Траллесу) и при 30 тарелках погонное число может быть равным 7,25. Но при обычном числе тарелок (40—45 шт.) и крепости ректификата 95,5° погонное число равно 2,0. Снижая крепость ректификата, можно снизить погонное число, но следует иметь в виду, что при снижении крепости до 95° почти невозможно получить ректификат стандартного качества. Так, в ректификате слабой крепости сивушного масла всегда больше, чем указано в стандарте ГОСТ 278.

Малое количество ректификационных тарелок увеличивает погонное число, что влечет за собой увеличение расхода тепла и воды в аппарате и уменьшение производительности аппарата. Производительность дефлегматора зависит от величины поверхности охлаждения, определяемой по формуле:

$$F = \frac{G}{Kt_n}, \quad (7)$$

где F — общая поверхность охлаждения в м^2 ; Q — количество тепла в спиртовых парах, поглощаемых дефлегматором, в кал/час ; K — полный коэффициент теплопередачи; t_n — истинная средняя разность температур¹.

Количество тепла Q , поглощаемого дефлегматором в течение часа, равно количеству тепла спиртового пара, превращенного в погон за тот же промежуток времени. 1 кг спиртового пара выделяет 240 Кал тепла, а при погонном числе 4 в дефлегматоре выделяется $240 \times 4 = 960 \text{ Кал}$ тепла.

Полный коэффициент теплопередачи K для дефлегматоров, обычно применявшихся до сих пор в СССР, принимался в среднем равным 350—385. Фирма же Е. Баджер для своих горизонтальных 10-оборотных дефлегматоров принимает $K = 736$ при средней разности температур $t_n = 26\text{—}27^\circ$, принимаемой и в СССР. На основании указанных данных легко подсчитать для каждого ректификационного аппарата необходимую поверхность охлаждения дефлегматора.

Размер охлаждающей поверхности дефлегматора оказывает большое влияние на расход воды и на равномерность хода спирта в сортировочном фонаре. При большей поверхности охлаждения отходящая вода имеет высокую температуру, благодаря чему сокращается ее расход, а главное, аппарат работает нормально, возвращаемый в колонну погон имеет температуру, близкую к кипению, и колебаний уровня спирта в сортировочном фонаре не наблюдается.

В Германии (по Небелю) на 100 л получаемого ректификата предусмотрено охлаждающая поверхность дефлегматора в 7 м^2 , а во Франции (согласно данным проф. К. Марилье) — около 6 м^2 , но зато ректификационную колонну снабжают большим числом тарелок, доводят его до 50.

4. Холодильник

Продукты и полупродукты, получаемые с периодически действующего ректификационного аппарата, отбираются с дефлегматора в виде спиртовых паров, которые первоначально сгущаются, а затем охлаждаются в отдельно стоящем холодильнике. Температура жидкости по выходе из холодильника должна быть на 2—3° выше температуры воды, входящей в холодильник для охлаждения.

Имеются холодильники разнообразной конструкции. Наиболее часто применяются цилиндрические и трубчатые.

Цилиндрический холодильник. Цилиндрический холодильник (рис. 14) состоит из двух концентрически вставленных один в другой медных цилиндров; один из них на 40 мм в диаметре меньше и на 150—225 мм короче другого. В кольцевое пространство между стенками цилиндров впаяна спираль, направляющая движение стекающего вниз спирта. Эти два цилиндра и представляют собой

¹ Способ определения этой истинной средней разности см. у проф. А. А. Кирова, Техническая аппаратура спиртового производства, 2-е изд., 1937, стр. 13.

собственно холодильник. Снаружи он одет железным кожухом, в который подводится снизу охлаждающая вода. Нагретая вода уходит через штуцер на верхней крышке кожуха. Спиртовые пары входят в кольцевое пространство между двумя цилиндрами сверху, через верхний патрубок; охлажденный спирт вытекает снизу через боковой патрубок. Впаянная в пространстве между цилиндрами спираль направляет движение спирта вниз. Для спуска грязи и осадков из воды в нижнем днище кожуха имеется регарда.

Холодильники описанной конструкции хорошо работают, но отличаются громоздкостью.

Трубчатый холодильник. (рис. 15) устроен подобно трубчатому дефлегматору Савалля, с той только разницей, что в нем нет штуцера для отвода спиртового пара, а охлажденный спирт удаляется из штуцера для отвода погона. Трубчатый холодильник представляет собой длинный узкий железный (иногда медный) цилиндр высотой, равной 5 и даже 8 его диаметрам. Цилиндр имеет съемные днища. На некотором расстоянии от днищ, приблизительно на расстоянии 200—300 мм, внутри цилиндра укреплены две трубные решетки (днища с отверстиями для труб), в которых развальцованы холодильные трубы. В пространстве между нижней и верхней трубными решетками установлены решетчатые перегородки, которые представляют собой те же трубные решетки, но с отверстиями несколько большего диаметра. Они попеременно (то с одной, то с другой стороны) не доходят до стенок цилиндра. Эти перегородки дают направление спиртовым парам, удлиняют их путь в холодильнике и вместе с тем предохраняют трубы от прогиба.

Для увеличения поверхности охлаждения трубчатый холодильник иногда снабжают дополнительной охлаждающей поверхностью в виде самостоятельного медного цилиндра со вставленными в него трубными решетками, в которых развальцованы холодильные трубки (рис. 16). В межтрубном пространстве также установлены решетчатые перегородки — неполные днища. Этот дополнительный цилиндр с трубками устанавливают в наружном цилиндрическом сосуде. Таким образом увеличение охлаждающей поверхности холодильника достигается за счет устройства внутреннего цилиндра, охлаждаемого одновременно с трубками водой, поступающей снизу и уходящей в самом верху — сбоку наружного цилиндра холодильника.

Спиртовые пары в обоих холодильниках поступают в межтрубное пространство и хорошо в нем сгущаются. Имеющиеся в холодильниках перегородки направляют пары зигзагообразно, удлиняя линию соприкосновения их с холодильной поверхностью. Конденсация (сгущение) спиртового пара в трубчатых холодильниках осуществляется наиболее полно, но получающаяся жидкость охлаждается значительно слабее, чем в холодильниках других систем, так как при относительно невысоком слое охлаждаемого спирта в этом холодильнике используется не вся охлаждающая поверхность.

Вода, охлаждающая спирт, в обычном трубчатом холодильнике (см. рис. 15) движется быстрее, чем в трубчатом холодильнике с увеличенной поверхностью охлаждения (см. рис. 16).

Достоинством трубчатого холодильника является компактность его охлаждающей поверхности, что дает возможность строить

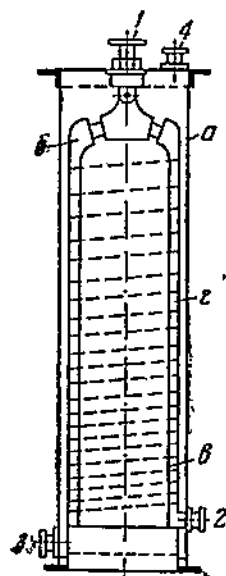


Рис. 14. Цилиндрический холодильник: а — железный паружный кожух; б — наружный медный цилиндр; а — внутренний медный цилиндр; г — спираль; 1 — вход спиртового пара; 2 — выход охлажденного спирта; 3 — вход воды для охлаждения; 4 — выход воды из холодильника.

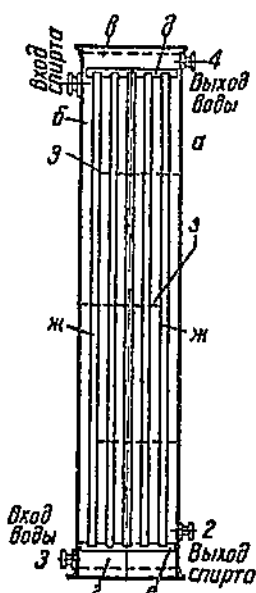


Рис. 15. Трубчатый холодильник: а — цилиндр холодильника; б — спиртовое пространство; в — верхняя водяная камера; г — нижняя водяная камера; д — верхняя трубная решетка; е — нижняя трубная решетка; ж — трубки, по которым движется охлаждающая вода; з — перегородки, направляющие движение спиртового пара; 1 — вход спиртового пара; 2 — выход охлажденного пара; 3 — вход воды для охлаждения; 4 — выход воды из холодильника.

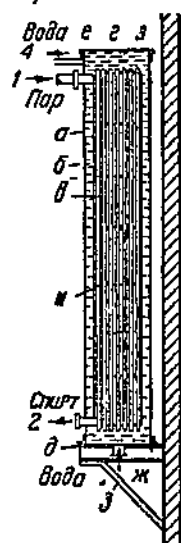


Рис. 16. Трубчатый холодильник с увеличенной поверхностью охлаждения: а — кожух холодильника; б — цилиндр холодильника; в — спиртовое пространство; г — верхняя крышка кожуха; д — нижняя крышка кожуха; е — верхняя трубная решетка; ж — нижняя трубная решетка; з — трубки, по которым движется охлаждающая вода; и — перегородки, направляющие движение спиртового пара; 1 — вход спиртового пара; 2 — выход охлажденного спирта; 3 — вход воды для охлаждения; 4 — выход воды из холодильника.

эти аппараты с большой охлаждающей поверхностью. К числу их недостатков следует отнести слабое охлаждение сгущенного спирта, увеличение поверхности охлаждения вследствие установки внутреннего цилиндра для охлаждения спиртовых паров и жидко-

сти, что, не давая значительного эффекта, в то же время усложняет и удорожает устройство холодильника. Кроме того возможны потери спирта вследствие соединения наружного и внутреннего цилиндров для ввода спиртовых паров в межтрубное пространство и вывода из него охлажденного спирта.

Величина охлаждающей поверхности холодильника рассчитывается аналогично величине охлаждающей поверхности дефлегматора с той только разницей, что для дефлегматора не предусматривается тепло на охлаждение погона, а для холодильника производится расчет поверхности на охлаждение спирта до температуры, при которой он хранится на заводе до сдачи в подвал.

Расчет холодильника ведут на максимальное охлаждение спирта-ректификата, получаемого в течение 1 часа.

Холодильник рассчитывают отдельно на конденсацию (аналогично расчету дефлегматора) и отдельно на охлаждение готового продукта. Сумма обеих величин и составляет общую поверхность охлаждения холодильника.

Количество тепла, отнимаемого при охлаждении спирта, определяют по формуле

$$C_0 = S \cdot C_s (t_p - t_s) \text{ Кал}, \quad (8)$$

где C_0 — количество тепла, отнимаемого для охлаждения сгущенного спирта в течение часа;

S — количество спирта в кг, охлаждаемого в холодильнике в течение часа;

C_s — теплоемкость спирта, выходящего из холодильника, в зависимости от его температуры и крепости;

t_p — температура спиртового пара, обычно принимаемая равной 79° ;

t_s — температура охлаждения спирта.

Поверхность охлаждения определяют по формуле (7):

$$F = \frac{C_0}{K t_n},$$

где K — коэффициент теплопередачи. Обычно его принимают равным не выше 180, а часто и 150. Е. Баджер для холодильника готового продукта (ректификата) считает $K = 196$, несмотря на то, что через него проходит вся необходимая для ректификационного аппарата вода, имеющая поэтому повышенную скорость движения. Только при увеличении скорости движения готового продукта путем прокачивания его через холодильник с массой перегоронок, стоящих на расстоянии 100 мм одна от другой, фирма Баджер принимает $K = 343$. Подробный расчет холодильника можно найти у проф. А. А. Кирова¹. Здесь же укажем, что полное охлаждение в холо-

¹ Проф. А. А. Киров, Техническая аппаратура спиртового производства, 2-е изд., § 143, стр. 193—195.

дильнике достигается в том случае, если на каждые 100 л спирта, получаемого в час, приходится 5—6 м² поверхности охлаждения.

5. Сортировочный фонарь

Сортировочный фонарь является вспомогательным прибором для определения крепости, температуры и скорости отбора получаемых в разное время продуктов и для отвода их в соответствующие сборники.

Сортировочный фонарь в том виде, в каком он употребляется в настоящее время, впервые был изобретен Саваллем и имеет следующее устройство (рис. 17).

Стекланный колпак с отверстием в центре дна установлен на медный литой тройник. К нижнему фланцу тройника привернут полый шар с ввернутыми в него тремя кранами, соединенными трубами со спиртовыми приемниками. Боковой фланец тройника соединяют с трубой, отводящей спирт из холодильника аппарата. В нижнюю часть тройника вшлифована или ввинчена (на резьбе) трубка диаметром меньше диаметра верхней части тройника, так что между стенками последнего и трубкой образуется кольцевое пространство, через которое спирт из холодильника поступает в стекланный колпак.

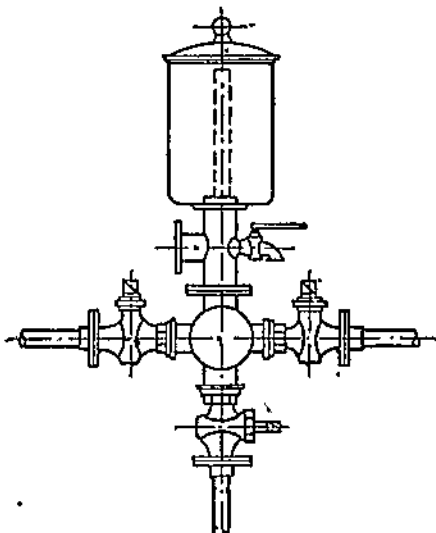


Рис. 17. Сортировочный фонарь.

Трубка, вставленная в тройник, верхним концом несколько не доходит до верхнего края стеклнного колпака. Для стока же спирта из колпака в трубке сбоку, начиная снизу, в двух-трех местах делают отверстия такого диаметра, чтобы уровень спирта в колпаке соответствовал уровню спирта того сорта, который отбирается с аппарата. Известно, что скорость и количество вытекающей через отверстия жидкости зависят от силы напора, определяемой высотой столба жидкости в фонаре. По высоте уровня спирта в колпаке судят о количестве спирта, вытекающего из холодильника в каждый данный момент. Если высота уровня спирта в фонаре остается постоянной, значит спирт равномерно вытекает из аппарата. На трубке, вставленной в тройник, наносят деления, по которым сразу определяют количество спирта, вытекающего в единицу времени. Если такие деления не нанесены на трубке, то на стекланный колпак наклеивают бумажную полоску, на которой

и отмечают скорость истечения спирта в час при разных условиях.

Уровень спирта в стеклянном колпаке во время отбора спирта разных сортов бывает разный, через верх вставленной в тройник трубки спирту не дают переливаться.

Для наблюдения за крепостью и температурой вытекающего спирта в стеклянный колпак помещают спиртомер-волчок и термометр. Для отбора же проб спирта в тройнике ставят пробный кран. Для отвода спирта из фонаря в приемники ставится четыре крана; причем из одного бокового крана спирт отводится в контрольный снаряд Недошивина, отбирающий пробу, а из второго — в контрольный снаряд бр. Сименс, учитывающий не только объем, но и крепость проходящего через него спирта.

Через контрольный снаряд бр. Сименс пропускают начальные III и II сорта и концевой II сорт, которые распределяются по своим приемникам с помощью кранов, поставленных за контрольным снарядом. Третий кран иногда служит для спуска концевого III сорта, который пускается не через контрольный снаряд, а непосредственно в свой сборник. Через четвертый кран отводят отбросы, но так как альдегиды и эфиры в настоящее время собираются отдельно от сивушного масла, то на трубе отбросов ставится еще два крана, при помощи которых и спускают те или другие отбросы в приемники.

6. Сивухопромыватель

В целях получения непосредственно с аппарата стандартного сивушного масла сортировочный фонарь посредством крана соединяют с сивухопромывателем (рис. 18) — прибором, в котором от сивушного масла отмывается этиловый спирт и путем декантации получают стандартное сивушное масло.

Сивухопромыватель изготавливается на заводе из старой железной бочки емкостью 30—35 *дкл.* Ее устанавливают вертикально вблизи сортировочного фонаря, верхнее днище удаляют и заменяют съемной крышкой из кровельного железа. На некотором расстоянии от нижнего дна через штуцер в бочку вводят по трубе сивушное масло из сортировочного фонаря. На этой же трубе ставят боковой штуцер с краном, через который поступает вода для промывания сивушного масла. Внутри бочки эта труба соединена со спиральным барботерным змеевиком. В густо расположенной спирали змеевика сверху сделаны через каждые 5 *мм* отверстия диаметром 1 *мм*. Конечная спираль змеевика запаяна, так что жидкость из змеевика может попадать в бочку только через эти отверстия. На расстоянии 10 *см* от верхней кромки бочки ставят кран с носком, направленным в стоящую под ним воронку, соединенную трубой с сивушным чаном.

К нижнему дну сивухопромывателя прикрепляют снаружи угольник, соединенный с трехходовым краном при помощи крайнего

фланца. Сивухопромыватель соединяется с кубом, а через средний фланец — с чаном концевых сортов.

Сивухопромыватель работает следующим образом. Сначала в него набирают через спиральный змеевик воду на $\frac{1}{3}$ его емкости. Появившуюся в сортировочном фонаре жидкость молочного цвета направляют через мелкие отверстия спирального змеевика в сивухопромыватель. Так как сивушное масло легче воды, а этиловый спирт хорошо растворяется в воде, то сивушное масло, проходя через заранее налитый слой воды, отдает воде весь содержащийся в нем этиловый спирт, а чистое сивушное масло всплывает наверх. Когда наберется полный сивухопромыватель, сивушное масло спускают через кран с носком, наблюдая через воронку, чтобы сходило только чистое масло. Если же сивушное масло получается не достаточно чистым, то закрывают кран из сортировочного фонаря и открывают немного кран для впуска холодной воды через отверстия барботера и медленно впускают холодную воду (она поднимает слой чистого сивушного масла для стока в верхний кран) до тех пор, пока не сойдет все сивушное масло.

Когда начнет сходить грязный слой, всегда имеющийся между водным слоем и сивушным маслом, доступ воды прекращают. Оставшееся частично сивушное масло может находиться в сивухопромывателе; имеющаяся в сивухопромывателе в большом количестве вода со спиртом по окончании отбора I сорта спускается в куб для переработки.

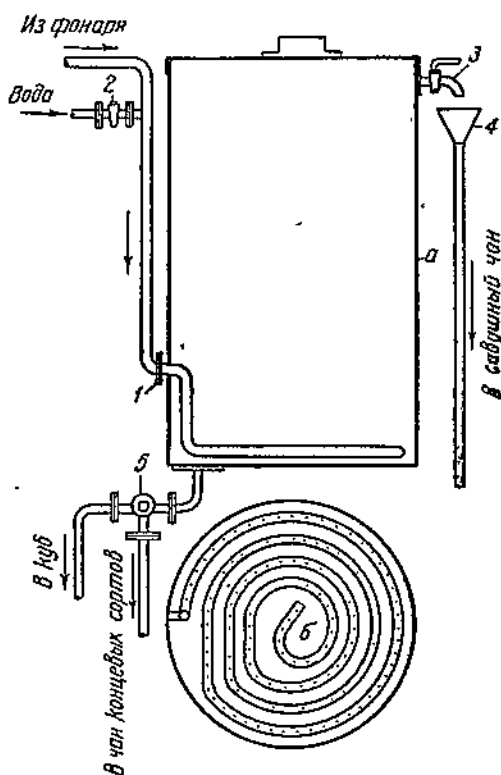


Рис. 18. Сивухопромыватель: а — сосуд сивухопромывателя; б — змеевиковый барботер; 1 — штуцер, через который вводят сивушное масло из фонаря; 2 — кран, открывая который, впускают воду; 3 — кран для спуска сивушного масла; 4 — воронка, через которую сливают сивушное масло; 5 — трехходовый кран для спуска промывной воды со спиртом.

7. Паровой регулятор

Для работы на периодически действующем ректификационном аппарате необходимо строго определенное постоянное давление. Получение такого давления обеспечивается паровым регулятором, от исправности действия которого зависит качество получаемого ректификата.

Существует несколько систем паровых регуляторов, но самым распространенным и наиболее простым является паровой регулятор Савалля (рис. 19). Паровой регулятор представляет собой не что иное, как водяной манометр. Он состоит из двух цилиндрических резервуаров *а* и *б*, расположенных друг над другом и соединенных между собой трубой *в*.

Расстояние между резервуарами можно изменять. Верхний резервуар *б* можно передвигать по стойкам, труба *в* пропущена через сальник на крышке резервуара *а* и вдвигается в другую трубу, не доходящую до дна нижнего резервуара на 50 мм. Труба эта плотно соединена с крышкой резервуара *а*. Труба, окружающая трубу *в*, не позволяет пару подняться по ней и направляет в верхний резервуар *б* воду, встречающую на своем пути плавающий поплавок *г*, действующий на систему рычагов *д—ж*; эта система соединена с клапаном парового вентиля таким образом, что при подъеме поплавка клапан запирает приток пара, а при опускании, наоборот, открывает. Нижний резервуар *а* в верхней части цилиндра имеет штуцер *к*, соединяющийся с трубой, проведенной от крышки куба аппарата. Внизу цилиндрической стенки

резервуара *а* ввернут водомерный кран *и* с укрепленной в нем стеклянной трубкой, показывающей давление в кубе аппарата.

На боковой стенке резервуара *а* часто ставят еще водомерное стекло, показывающее уровень воды в резервуаре *а*, а дно снабжают штуцером для спуска через него, в случае надобности, всей воды.

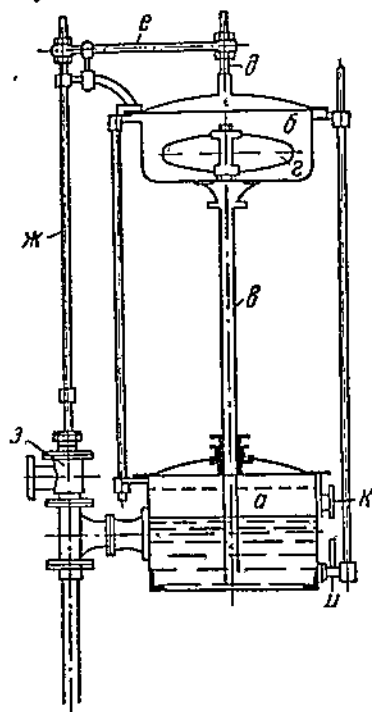


Рис. 19. Паровой регулятор: *а*—нижний резервуар; *б*—верхний резервуар; *в*—соединительная труба; *г*—поплавок; *д*—стержень поплавка; *е*—рычаг, передающий движение поплавка клапану; *ж*—тяга; *з*—регулирующий клапан; *и*—водомерный кран с водоуказательным стеклом; *к*—штуцер, через который передается давление из куба.

Перед началом работы на аппарате резервуар *а* соединяют с водопроводом и заполняют водой до уровня бокового штуцера *к*, т. е. до тех пор, пока вода не начнет по трубе переливаться в куб.

Регулятор действует следующим образом. Давление в кубе, образующееся при кипении жидкости, по трубе, присоединяемой к штуцеру *к*, передается в резервуар *а*. Это давление вытесняет находящуюся там воду через соединительную трубу *в* в верхний резервуар *б*. Когда давление достигнет известного предела, то поплавок *г* в резервуаре *б* начнет подниматься. Соединенный с ним системой рычагов *д* — *ж* клапан парового вентиля *з* опускается, приток пара в змеевики куба уменьшается, вследствие чего уменьшаются и интенсивность кипения в кубе и давление.

При уменьшении давления в кубе вода из резервуара *б* начнет снова переходить в нижний резервуар *а*, поплавок *г* опустится, и клапан парового вентиля *з* поднимется. Приток пара через этот вентиль увеличится и, разумеется, опять начнет увеличиваться и давление в кубе. Такое движение поплавка *г* и парового клапана *з* вверх и вниз в зависимости от давления в кубе продолжается во все время действия аппарата.

Штуцер *к*, по которому давление передается из куба в резервуар *а*, одновременно служит и для отвода излишней жидкости из резервуара *а*. Такое совмещение в одном штуцере двух функций представляет неудобства. Жидкость, вытекающая через штуцер *к*, будучи слегка охлажденной, нередко вызывает внезапную конденсацию паров и создает местный вакуум, сопровождающийся резким понижением давления в паровом регуляторе. В это время жидкость из резервуара *б* переходит в резервуар *а*, а отсюда — в куб. Затем, когда пар при помощи регулятора начинает энергично входить в змеевики, давление в кубе быстро поднимается, подчас перебрасывая жидкость из нижнего резервуара в верхний и даже выбрасывая из него жидкость и пар. Кроме того при движении спиртового пара навстречу жидкости последняя плохо стекает или, наоборот, пар не проходит в неровностях трубы, где получают застой конденсационной воды.

Поэтому в настоящее время передачу давления осуществляют через штуцер, помещенный на верхней крышке резервуара *а*, а воду из резервуара *а* отводят через штуцер *к*, соединенный с трубой, отводящей конденсат в нижнюю часть куба.

На случай порчи регулирующего клапана *з* делается специальная обводная линия, дающая возможность выключить клапан для его ремонта, осуществляемого в то время, как аппарат продолжает работать с ручной регулировкой.

Такого типа регулятор представлен на рис. 20.

Здесь труба *д*, по которой через вентиль *г* давление из куба передается в нижний резервуар *а* регулятора, присоединяется к верхней крышке этого резервуара. Излишек воды из нижнего резервуара *а* отводится через патрубок и трубу *б*, соединенную

с низом куба, где всегда находится перегоняемая жидкость. Выключение регулирующего вентиля возможно, так как он находится между вентилями β_1 и β_3 . На трубопроводе, подводящем пар к регулирующему вентилю ϵ , устроен обводный трубопровод с вентилем β_2 . Обычно в начале работы аппарата пар впускают в змеевики через вентиль β_2 , а вентили β_1 , β_3 и ϵ остаются закрытыми, пока не нагреются куб и половина ректификационной колонны. После этого вентиль β_2 закрывают, а вентили ϵ , β_1 и β_3 открывают. Когда в аппарате установится нормальное давление (согласно показанию водоуказательного стекла), то регулирующий клапан парового регулятора начинает действовать соответственно колебаниям давления в аппарате. Перед окончанием сгонки, наоборот, закрывают вентили ϵ , β_1 и β_3 и открывают вентиль β_2 , чтобы можно было сразу же начать работу.

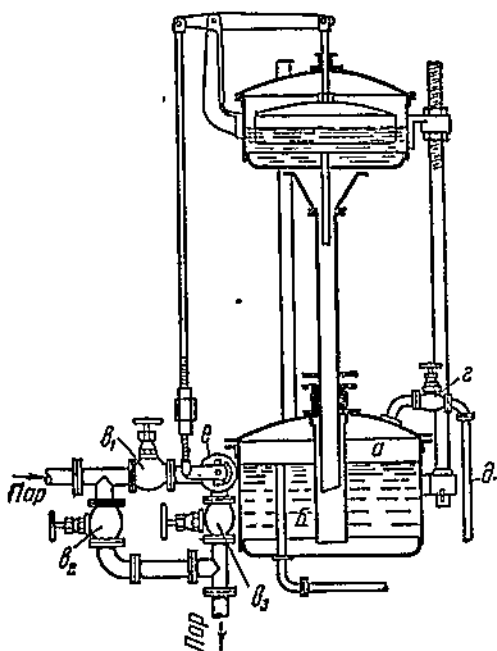


Рис. 20. Паровой регулятор Гекмана: a — нижний резервуар; b — патрубок, через который стекает излишек воды из нижнего резервуара; β_1 , β_2 , β_3 — паровые вентили; ϵ — паровой вентиль; d — труба, подающая давление из куба; e — регулирующий клапан

ным стеклом длиной около 3 м. Наличие такого водяного манометра дает возможность совершенно выключать паровой регулятор и работать, руководствуясь показаниями описанного водяного манометра.

На верхней крышке нижнего резервуара парового регулятора необходимо ставить автоматический клапан для впуска воздуха в случае внезапного образования вакуума.

ГЛАВА III

РАБОТА НА ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩИХ АППАРАТАХ

I. ПРАКТИКА РАБОТЫ НА ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩИХ АППАРАТАХ ТИПА САВАЛЛЯ

Процесс ректификации спирта на периодически действующих аппаратах можно разделить на четыре операции: 1) приготовление рассиропленного, т. е. разбавленного водой, спирта и наполнение, или навалка, куба; 2) нагрев аппарата; 3) сгонка; 4) опорожнение куба и очистка аппарата.

1. Навалка куба

Навалкой куба называется спуск спирта, загружаемого в куб ректификационного аппарата для ректификации.

Идущий на ректификацию спирт необходимо заблаговременно (за несколько часов до производства навалки) подвергнуть химической очистке и в готовом виде в полном количестве хранить в напорных чанах.

Для того чтобы впускаемый в куб спирт лучше преодолевал сопротивление в трубах и быстрее стекал, крайне важно, чтобы напор был сильным; для этого напорный (навалочный) чан должен быть расположен возможно выше, во всяком случае не на втором этаже, как это практиковалось ранее — при предварительной угольной фильтрации, не применяющейся уже с 1906 г.

Прежде во время спуска спирта в куб открывали воздушный клапан, чтобы выпустить из куба воздух, вытесняемый поступающим спиртом. В настоящее время, когда в кубе оставляется горячая вода, первоначальные порции спирта сразу нагреваются от смешения с нею, и сразу же выделяются легколетучие спиртовые пары; следовательно, если открыть воздушный клапан, то произойдут потери спирта. Для того чтобы воздух не шел из куба в трубу, подводящую спирт, полезно снабдить эту трубу перед присоединением к штуцеру, стоящему на кубе, гидравлическим затвором в виде U-образного колена высотой 1 м.

Вытесняемый из куба воздух должен пройти через всю колонну и дефлегматор и уйти он может только из холодильника.

Величина навалки зависит от емкости куба, причем уровень жидкости в нем должен быть на несколько сантиметров ниже верхнего

его края. Если паровое пространство в кубе слишком мало, то в начале сгонки давление в нем резко колеблется, что неблагоприятно отражается на ходе ректификации.

2. Нагрев аппарата

Одновременно с началом спуска навалки в куб его начинают нагревать паром, поступающим через барботер и змеевики.

Пар в змеевиках, отдавая большое количество тепла навалке, сразу конденсируется, причем конденсационная вода выделяется в большем количестве, чем при последующей работе. Поэтому часть конденсационной воды в начале прогрева куба следует спускать не через конденсационный горшок, а по обводной линии, так как конденсационный горшок (автомат) не в состоянии пропустить увеличенное количество воды. Открывая хотя бы частично обводную линию, мы устанавливаем равновесие и избегаем гидравлических ударов, обычно наблюдаемых при перегрузке конденсационного горшка в первый период пуска аппарата, так как нередко паропровод не имеет дренажа для спуска конденсационной воды, накопившейся в паропроводе в период остановки аппарата.

Обычно через 0,5—1 час. после спуска спирта в куб жидкость в нем уже нагрелась, и ректификационная колонна начинает быстро согреваться. Это можно определить по выделению вблизи сортировочного фонаря характерного едкого запаха ацетальдегида (уксусного альдегида), пары которого через фонарь и воздушную трубку уходят в атмосферу. Наличие этого запаха свидетельствует о том, что спиртовые пары проникли в холодильник, и что в фанаре скоро появится спирт.

3. Сгонка

Сгонка спирта — самый важный процесс при ректификации, потому что от правильного ведения сгонки зависят крепость, качество и количество получаемого ректификата, а также процент получения ректификата I сорта по отношению к навалке.

Следует помнить, что до поступления спиртовых паров в колонну, т. е. до нагрева ее, кожух дефлегматора и холодильник должны быть наполнены холодной водой, а краны на трубах, подводящих воду в дефлегматор и холодильник, должны быть закрыты до тех пор, пока вся колонна не нагреется. Иногда охлаждающая вода сначала поступает в холодильник и из него направляется в дефлегматор. В этом случае ставят один кран для регулирования впуска воды в дефлегматор, стоящий перед холодильником. Иногда кран ставят на трубе, отводящей воду из холодильника в дефлегматор. При всех этих комбинациях установки регулирующего крана через холодильник проходит ровно столько воды, сколько требуется дефлегматору, а температура охлаждаемой жидкости в хо-

лодильнике будет зависеть от количества охлаждающей воды. Поэтому, чтобы получить желаемую температуру готовой продукции, делают самостоятельные подводы охлаждающей воды как к дефлегматору, так и к холодильнику с регулирующим краном на каждом трубопроводе. В этом случае легче всего регулировать сгонку, хотя при этом получается несколько повышенный расход воды.

Когда дефлегматор начнет нагреваться, надо холодную воду пустить в дефлегматор и холодильник. Как только в сортировочном фонаре покажется жидкость, увеличивают приток воды на дефлегматор настолько, чтобы уровень спирта в фонаре поднимался с едва заметной скоростью. При такой подаче воды в дефлегматор получается почти полное сгущение спиртовых паров в течение 15—30 мин., вследствие чего в начале сгонки получается спирт крепостью 92—94° по Траллесу. Когда уровень жидкости в фонаре достигнет верхнего края спускной трубки, открывают кран на трубе, подводящей спирт в контрольный снаряд бр. Сименс, и предоставляют таким образом спирту свободный выход из фонаря. Затем приток холодной воды в холодильник и дефлегматор регулируют таким образом, чтобы количество спирта, притекающего из холодильника в фонарь, равнялось тому количеству его, которое отводится из фонаря. При этом спирт в фонаре должен стоять на одном и том же уровне, что будет указывать на равномерность сгонки. Если спирт в фонаре оказывается слабой крепости, следует увеличить приток воды на дефлегматор и вести сгонку несколько медленнее, т. е. при менее обильном против нормального притоке спирта в фонарь. Только тогда, когда крепость спирта в фонаре будет достаточно высокой, можно увеличить струю спирта в фонаре путем уменьшения впуска воды в дефлегматор.

В начале сгонки спирт должен получиться крепостью не ниже 94° по Траллесу. Затем крепость спирта должна увеличиваться так, чтобы после перегонки 5—6% навалки куба она достигла 96° по Траллесу, а после перегонки 10—12% — 96,8—97° по Траллесу.

Когда в фонаре получится спирт требуемой крепости, аппаратчик должен заботиться только о том, чтобы удерживать уровень жидкости в фонаре на одной и той же высоте, т. е. вести сгонку с равномерной скоростью при постоянной крепости. Изменение скорости сгонки, т. е. уменьшение высоты столба спирта в сортировочном фонаре, показывает, что сгущение спиртовых паров в дефлегматоре производится слишком энергично и приток воды на дефлегматор слишком велик. Наоборот, увеличение высоты столба спирта в фонаре и переливание спирта через верхний край ввернутой трубки свидетельствуют о чересчур слабом сгущении спиртовых паров в дефлегматоре, т. е. о слишком малом притоке воды в дефлегматор.

В первом случае необходимо несколько закрыть (убавить поступление воды), а во втором соответственно открыть кран на

трубе (увеличить поступление воды), подводящей холодную воду в дефлегматор.

Как видно из изложенного выше, при ведении сгонки крайне важно иметь постоянное давление внутри куба и аппарата, пар и воду постоянного давления, так как только в этом случае будет обеспечена равномерная сгонка, а вместе с тем и высокое качество получаемого ректификата и большой процент его отбора.

Первоначально сгонку вели без регулирования ее в фонаре и не стремились к получению в фонаре спирта сразу большой крепости. Поэтому в начале сгонки не сгущали сразу все спиртовые пары и не задерживали выхода спирта из колонны в течение 15—30 мин., а медленно прогревали колонну, затем дефлегматор. После этого пары спирта поступали в холодильник и выходили из фонаря крепостью 87—88° по Траллесу.

При таком методе сгонки спирт в фонаре укреплялся медленно, качество его долго оставалось низким. Вследствие этого стали стремиться получать в фонаре возможно более крепкий спирт с самого начала сгонки. При крепких навалках (около 80°), практикуемых в настоящее время, выделение эфиров из спирта происходит с большим трудом. Если же вести сгонку обычным способом — при крепости в 87—88° первых порций спирта в сортировочном фонаре после пуска аппарата, то освободиться от примесей в дистиллате возможно будет только при понижении крепости навалки в кубе приблизительно до 38—36°. Другими словами, около 50% дистиллата будет плохого качества. Во избежание этого применяется очень простой прием. В дефлегматор пускают большое количество воды и заставляют все поступающие в него спиртовые пары конденсироваться и возвращаться в виде погона в колонну. Такая задержка спирта для концентрации эфиров в колонне продолжается 1,5—2 и даже 3 часа в зависимости от качества спирта и размера навалки в кубе. По истечении определенного опытом промежутка времени уменьшают приток воды в дефлегматор и дают возможность спиртовым парам проходить в холодильник. Сначала идет спирт зеленоватого цвета, очень богатый эфирами, но он довольно быстро становится бесцветным. Это происходит оттого, что получаемый дистиллат быстро улучшается вследствие продолжительной задержки спирта в колонне, в которой в это время собираются почти все эфиры из куба (преимущественно в верхней части колонны и дефлегматора), и удаление их оттуда не требует много времени.

Время и топливо, затраченные на концентрацию эфиров в колонне, с избытком вознаграждаются увеличением выхода спирта I сорта.

Сортировка спирта. За время сгонки никогда не удастся сконцентрировать примеси так, чтобы они были в чистом виде, и для получения стандартного ректификата обычно приходится прибегать к отбору промежуточных продуктов, по качеству мало отличаю-

щихся от исходного сырья — спирта-сырца. Разделение получаемых с ректификационного аппарата продуктов на сорта называется сортировкой.

Как уже указывалось, в начале сгонки получается спирт зеленоватой окраски. В нем содержатся в большом количестве эфиры и альдегиды; их обычно отбирают от 0,3 до 0,5 %, смотря по качеству спирта-сырца. В довоенное время эти головные примеси уничтожались. С 1926 г. эфиры и альдегиды начали денатурировать и применять для разжигания нагревательных приборов, для горения без фитиля. Вывести эфиры и альдегиды из куба не удается сразу. После того как спирт в сортировочном фонаре станет бесцветным, эфиры перестают отбирать. Это наблюдается после отбора 0,3—0,5 % навалки. Далее идет бесцветный спирт, и хотя количество эфиров и альдегидов уменьшается, все же в идущем через сортировочный фонарь спирте их больше, чем было во взятом в навалку спирте-сырце. Этот спирт называется III начальным сортом.

Количество отбираемого III начального сорта зависит от качества взятого в навалку спирта, от способа ректификации и от качества работы на ректификационном аппарате. При неумелой работе не удастся сконцентрировать головные примеси в количестве от 2,5 до 5 % от навалки (5 % может быть при ректификации паточно-го спирта). О том, что идущий из сортировочного фонаря спирт по качеству не хуже взятого в навалку спирта-сырца, узнают по пробе с серной кислотой без кипячения. Проба через 10—15 мин. после смешивания спирта с серной кислотой (в это время смесь от химической реакции самонагревается) должна иметь окраску лимонного, или, как некоторые его называют, желто-соломенного цвета. После этой пробы спирт считают равноценным спирту-сырцу и называют его II начальным сортом, что указывает на его происхождение и содержание в нем только головных примесей и почти полное отсутствие хвостовых. Количество II начального сорта колеблется в пределах 4—8 % от навалки. Перевод со II начального сорта на I предпочитают делать по пробе с серной кислотой с кипячением согласно стандарту. Пробу считают пригодной для перевода на I сорт после 10-минутного остывания. Можно так же переводить по пробе на реактив Молера на отсутствие головных примесей. Иногда пробу делают с салициловым альдегидом по Комаровскому и переводят на I сорт только тогда, когда получается спирт, удовлетворяющий ОСТ 278.

Отбор I сорта производится при максимальной производительности аппарата. Первая треть всего количества отбираемого I сорта спирта должна иметь среднюю крепость 95,5°, вторая треть 95,2°. При отборе последней трети крепость должна ежедневно повышаться с таким расчетом, чтобы к концу отбора она достигла 96,2°. При этом во время отбора последней трети спирта I сорта производительность аппарата снижается, достигая 70 и даже 60 % от максимальной.

Перед концом отбора спирта I сорта, т. е. когда остается 3—4% его, начинают проверять качество ректификата на наличие в нем хвостовых примесей, что узнается испытанием пробы спирта по способу Комаровского (с салициловым альдегидом). Пипеткой отмеривают 5 мл испытуемого спирта, выливают их в колбочку для пробы Савалли, прибавляют 13 капель 1%-ного раствора салицилового альдегида в чистом спирте, затем осторожно по стенке горлышка приливают 10 мл серной кислоты уд. веса 1,84 и смесь взбалтывают. Пробу исследуют сразу, не ожидая 20 мин., пока смесь в колбочке остынет. Если проба сейчас же после взбалтывания не окрасится в красный цвет, то можно продолжать отбор I сорта. Через 15 мин. делается вторая проба, и если она не окрасится немедленно, продолжают отбирать I сорт дальше. На II концевой сорт переводят только тогда, когда проба при взбалтывании немедленно принимает красную окраску. Кроме этой пробы следует руководствоваться запахом и вкусом спирта из фонаря.

Отбираемый после этого спирт называется II концевым сортом, так как в нем уже содержатся хвостовые примеси, хотя еще и не в таком большом количестве, как в спирте-сырце. Постепенно количество примесей увеличивается, а крепость спирта уменьшается. Как только крепость понизится до 85°, переводят (а некоторые ректификаторы делают это уже при крепости 90°) на III концевой сорт, содержащий значительно больше хвостовых примесей, чем спирт-сырец.

При сгонке III концевого сорта спирт в сортировочном фонаре в течение некоторого времени сохраняет прозрачность. Содержание в нем сивушных масел весьма значительно; крепость спирта равна 80—85° по Траллесу. Когда температура куба достигнет 101—103°, в фонаре появляется муть, жидкость становится непрозрачной, напоминающей смесь воды с небольшим количеством молока. Помутнение спирта вызывается появлением в фонаре амилового спирта, который, как известно, в спирте малой крепости не растворяется, но образует с ним эмульсию. Крепость спирта в фонаре после появления в нем амилового спирта очень быстро падает; муть постепенно исчезает; жидкость становится полупрозрачной и заметно опалесцирующей. Когда крепость спирта в фонаре понизится до 15° по Траллесу, получаемый продукт опять содержит меньше хвостовых примесей, и его можно брать во II сорт до тех пор, пока крепость не понизится до 5° при колпачных и до 3° по Траллесу при ситовых тарелках; тогда сгонку прекращают. Термометр куба в конце сгонки показывает 103—104° в зависимости от высоты давления в колонне.

Указанные проценты отбора сортов даны ориентировочно, так как количество каждого сорта спирта, получаемого при очистке сырца, не всегда одинаково и зависит от качества последнего. Чем меньше примесей содержит спирт-сырец, тем больше выход I сорта, и наоборот. То же следует сказать и об относительном количе-

стве II и III сортов, получаемых в начале и конце сгонки. Чем больше альдегидов содержится в спирте-сырце, тем позднее начинается отбор I сорта, т. е. тем больше получают в начале сгонки II и III начальных сортов. Если спирт-сырец изобилует сивушными маслами, то при его очистке получается относительно много II и III концевых сортов.

Лет 30 назад получаемые во время сгонки спирта сорта сливали вместе. Так например, III начальный сорт смешивали с III концевым сортом. II начальный и II концевой сорта также собирали в один чан. Только в последние 30 лет начали собирать каждый сорт отдельно, причем концевой спирт не делят на два сорта, а называют его просто концевым спиртом. Такую сортировку ввели вследствие изменения методов очистки низших сортов спирта путем ректификации.

Первоначально третьи сорта (как начальный, так и концевой), когда практиковалось их смешение, перерабатывали отдельно от спирта-сырца. При перегонке их отбирали только II и III сорта и отбросы.

Затем был предложен метод переработки низших сортом спирта путем впуска их в ректификационную колонну во время сгонки. Смешивать концевые и начальные сорта нельзя было, так как этим нарушался новый принцип переработки низших сортов, содержащих одни определенные примеси — головные или хвостовые.

В настоящее время третьи сорта отдельно не перегоняют, а совместно с эфирами и альдегидами подвергают денатурации и отпускают населению для хозяйственных нужд.

Вторичная перегонка третьих сортов вызывала большой расход топлива, отнимала много времени, а в результате получался только полуфабрикат, требовавший дополнительной перегонки для изготовления из него стандартного ректификата.

Потери спирта при сгонке. В результате сгонки спирта получается несколько меньше, чем было взято в навалку. Величина потерь спирта зависит от двух факторов: 1) от температуры сгонки, т. е. от температуры спирта в сортировочном фонаре и 2) от количества заключающихся в сырце примесей.

Спирт улетучиваться непосредственно из аппарата не может, так как аппарат герметически закрыт. Улетучивание спирта может иметь место только в сортировочном фонаре и в контрольном снаряде, т. е. в промежутке времени между выходом спирта из холодильника и поступлением его в спиртоприемник. Спиртовая труба, выводящая спирт из холодильника, разветвляется в двух направлениях: одна ветвь идет к фонарю, другая составляет так называемую воздушную трубу и выведена наружу. Через эту трубу удаляются из аппарата несгустившиеся газы и углекислота. Естественно, что спирт прежде всего улетучивается через последнюю трубу. Далее, сортировочный фонарь не закрыт герметически, так что пары спирта (правда, в количестве, крайне ничтожном) все же

проникают наружу через зазор между фонарем и его крышкой. Что последнее обстоятельство действительно имеет место, доказывается тем, что перед самым началом сгонки вблизи фонаря всегда ощущается характерный едкий запах ацетальдегида (уксусного альдегида) — этого наиболее летучего из веществ, сопровождающих спирт-сырец. Улетучивание спирта указанными путями тем сильнее, чем выше его температура и температура окружающего воздуха.

Потери происходят также вследствие неправильного показания спиртомера. Крепость спирта, как известно, определяется при помощи этого прибора, который показывает действительное содержание этилового спирта только в смесях химически чистого этилового спирта и воды. Спирт же сырец есть смесь ряда примесей и спиртов с водой.

Примеси, имеющиеся в спирте-сырце, различны по своему удельному весу, и воздействие их на спиртомер неодинаково. Так например, спиртомер в химически чистом этиловом спирте при температуре $15,5^{\circ}$ покажет 100° , а в амиловом спирте при той же температуре — только 93° , в ацетальдегиде — 98° и т. д. Понятно поэтому, что спирт-сырец, как смесь различных спиртов и воды, воздействует на спиртомер иначе, чем чистый спирт, и воздействие это зависит от процентного содержания примесей в спирте-сырце. Если бы при смешивании спиртов между собой и с водой не происходило сжатия смеси, т. е. если бы объем смеси строго равнялся сумме объемов всех входящих в ее состав элементов, то, очевидно, что крепость спирта-сырца была бы средней крепостью содержащихся в нем спиртов. Но так как при смешении спиртов с водой происходит сжатие смеси, то крепость спирта-сырца, измеренная спиртомером, не равняется средней крепости составных частей сырого спирта.

Если, например, смешать 1 *дкл* чистого ректифицированного спирта крепостью 96° при температуре 15° с 1 *дкл* получаемых при ректификации отбросов крепостью 89° , то в результате получится 2 *дкл* смеси. Крепость ее будет не средней, т. е. не $92,5^{\circ}$, а около 94° . Если же, наоборот, 1 *дкл* этой смеси разложить на составные части, то сумма их даст уже не 94° , а только $92,5^{\circ}$. Понятно, что ни в первом случае ничего не должно было прибавиться, ни во втором случае ничего не могло убавиться. Полученная при определении количества спирта по спиртомеру разница происходит только от того, что спиртомером измерялись жидкости неодинакового уд. веса.

Показания спиртомера, погруженного в спирт-сырец, всегда несколько выше истинной его крепости. Так как задачей ректификации служит отделение примесей от чистого спирта, то в результате общее количество всех сортов спирта всегда выходит несколько меньше взятого для навалки в куб. Всякому работнику, практически знакомому с ректификацией спирта, известен факт, что при

ректификации III сорта потери оказываются от четырех до восьми раз больше, чем при ректификации спирта-сырца. Они составляют от 2 до 4% от навалки. Так как потери из-за улетучивания спирта, при ректификации спирта-сырца или III сорта, если не совсем, то почти одинаковы, то ясно, что источником такой значительной разницы в количестве потерь в обоих случаях является сама природа продуктов, взятых в очистку; III сорт ректификата отличается от спирта-сырца только количеством содержащихся в нем примесей. Отсюда можно сделать вывод, что потери при ректификации спирта тем меньше, чем меньше примесей в исходном продукте. Присутствие в спирте-сырце примесей влияет на точность показаний его крепости. Следовательно, чем крепче спирт-сырец, тем меньше потери при ректификации его.

Практика показывает, что при ректификации спирта потери составляют от 0,51 до 0,68% в зависимости от суточной производительности аппарата.

4. Опорожнение куба и очистка аппарата

Для прекращения сгонки закрывают паровой вентиль у парового регулятора, предварительно закрыв кран на трубе, соединяющей нижний резервуар регулятора с кубом. Когда в фонарь перестанет поступать из холодильника перегоняемая жидкость, тогда закрывают краны на трубах, подводящих воду в холодильник и дефлегматор. Затем открывают спускной кран из куба, и таким образом оставшаяся в последнем жидкость удаляется. Иногда воздушный автоматический клапан куба вследствие засорения автоматически не открывается после открытия спускного крана, и жидкость из куба стекает очень медленно. В таком случае надо нажать на воздушный клапан, и оставшаяся в кубе жидкость начнет беспрепятственно вытекать. Когда куб опорожнен, спускной кран закрывают и начинают следующую навалку.

Если от окончания одной сгонки должно пройти несколько часов до начала следующей, то полезно оставшуюся в кубе после сгонки воду выпускать перед самым началом новой навалки, а новую сгонку начинать сейчас же по окончании навалки, так как оставшаяся в кубе после сгонки горячая жидкость не позволяет аппарату охладиться, что особенно важно зимой. Благодаря этому навалка куба при последующей сгонке скорее согревается.

При пользовании жесткой водой необходимо особенно тщательно следить за трубами, отводящими воду из дефлегматора и холодильника, чтобы они не покрылись накипью, мешающей отводить воду из холодильника и дефлегматора. Для удаления накипи трубы разъединяют и нагревают в кузнице докрасна, затем дают остыть, после чего деревянным молотком постукивают по ним, чтобы разбить отставшую от металлических стен массу из

накипи, которая сама принимает форму трубы. Так как металл лучше проводит тепло и при нагреве сильнее расширяется, то при нагреве труб докрасна стенки последних расширяются больше, чем образовавшаяся на них накипь. Накипь поэтому от них откалывается, сохраняя обычно форму трубы. Когда же металлические стенки после нагрева начинают быстро остывать, накипь, как плохо проводящая и плохо отдающая тепло, остывает медленнее, металл начинает сжимать накипь, а удары молотка разбивают ее, и накипь целыми кусками выпадает из труб.

Если охлаждающая вода дает осадок на трубах в дефлегматоре и холодильнике, то трубы следует чистить стальными проволочными щетками, если и не после каждой отдельной перегонки, то возможно чаще. Нередко вода содержит много слизи, водорослей, вследствие чего уменьшается сечение подводящих воду труб. В таких случаях надо часто промывать трубы и чистить напорные водяные баки.

II. СПОСОБЫ ВЕДЕНИЯ РЕКТИФИКАЦИИ СПИРТА

Наука об очистке спирта путем ректификации прошла длинный путь. Первоначально очистка спирта-сырца производилась путем фильтрации его через уголь, причем для более успешного действия спирт предварительно разбавляли наполовину водой, т. е. доводили его до крепости 40—45° по Траллесу.

Предварительная фильтрация спирта через древесный уголь практиковалась долгое время, пока не был достаточно хорошо изучен процесс ректификации. Лишь сравнительно недавно фильтрация была заменена предварительной химической очисткой спирта-сырца перед ректификацией.

Известно немало способов ведения процесса ректификации, но распространение их наталкивалось на косность работников, которые склонны были придерживаться дедовских методов работы, при которых количество и качество получаемой продукции далеко не соответствовали затрате энергии, топлива и времени.

Однако не все известные способы ректификации научно обоснованы и экономически выгодны. Ниже изложены наиболее распространенные и наиболее выгодные способы ректификации.

1. Замедленные сгонки

Уже первые наблюдения над ректификационными аппаратами периодического действия показали, что процесс ректификации протекает значительно легче, если в сортировочном фанаре сразу получают спирт большой крепости. Стремление получить возможно быстрее в сортировочном фанаре спирт большой крепости привело к так называемым замедленным сгонкам. Замедленной называется такая сгонка, при которой часовая скорость поступления спирта

в сортировочный фонарь в некоторые периоды ректификации меньше нормальной, т. е. той, на которую рассчитан данный аппарат и которая обычно применяется при прохождении ректификата I сорта. Наиболее целесообразным моментом для замедления сгонки оказались время прохождения III и II начальных сортов ректификата, а также последних фракций I сорта перед переводом его на II концевой сорт.

Уменьшение скорости сгонки в указанные моменты ректификации ведет к увеличению главным образом выхода спирта I сорта, причем этот выход тем больше, чем более замедлена скорость сгонки.

Однако скорость сгонки нельзя уменьшать беспрестанно, так как при ректификации спирта кроме величины выхода спирта I сорта и качества последнего нужно считаться еще и с экономичностью сгонки, т. е. надо учитывать расход пара и производительность аппарата. Замедление сгонки, производимое путем усиленного охлаждения дефлегматора водой, сопровождается увеличением расхода не только воды, но и пара.

Большое значение имеет установление наиболее рациональной степени замедления сгонки. Во время замедленной сгонки происходит более усиленная концентрация головных примесей спирта, а следовательно, и более быстрое удаление их из навалки куба. Вследствие этого значительное количество спирта, относящееся к II начальному сорту, которое при равномерной сгонке содержит много головных примесей, при замедленной сгонке настолько бедно ими, что без всякого сомнения может быть отнесено к I сорту. Таким образом на несколько процентов увеличивается выход спирта I сорта. В конце замедленной сгонки выход спирта I сорта увеличивается потому, что замедление скорости сгонки сопровождается повышением ослабевающей крепости ректификата в нескольких ближайших ко II концевому сорту фракциях.

При замедлении сгонки и восстановлении прежней крепости спирта сивушное масло больше не появляется, и эти бессивушные фракции считаются спиртом I сорта.

Для выяснения наиболее выгодной степени замедления сгонки производились неоднократные опытные сгонки.

Много опытов было поставлено на Ливенском водочном заводе на ректификационном аппарате Савалля. Опыты длились с декабря 1907 г. по август 1909 г., и завод перешел целиком на ведение ректификации с замедленными сгонками. При пуске аппарат заставляли работать на себя, затем отбирали очень медленно эфиры и уже дальше постепенно увеличивали скорость отбора спирта. III начальный сорт отбирали со скоростью, равной $\frac{1}{8}$ нормальной скорости отбора I сорта; II начальный сорт — со скоростью, равной $\frac{1}{10}$ нормальной скорости отбора I сорта. При этом I сорт отбирался равномерной струей со скоростью 52 дкл/час, II концевой — с пониженной скоростью при отношении от 1:1,6

до 1 : 1,26, а III концевой сорт — при отношении от 1 : 3 до 1 : 1,09. Был даже случай, когда скорость сгонки III сорта оказалась выше, чем I сорта — при отношении 1 : 0,88, т. е. III концевой сорт сгоняли при отборе 60 дкл/час.

При таком значительном замедлении удалось достичь отбора I сорта до 92,9% от навалки в куб и самое меньшее — 89%. Навалка крепостью 45° по Траллесу, перегнанная с замедлением, дала выход I сорта в 89%, а навалка крепостью 89° по Траллесу — 93,5%. Контрольная же сгонка навалки крепостью 44,3° по Траллесу, перегнанная равномерной сгонкой, хотя и с задержкой в аппарате, дала 78,7% I сорта.

Таким образом сгонка с замедлением все же дала увеличение отбора I сорта на 12%.

Даже менее значительное практиковавшееся на Ливенском водочном заводе замедление сгонки дает хорошие результаты. Это подтверждают опыты, проводившиеся с 1907 до 1909 г. на Муромском водочном и на Лучковском спиртовом заводах. Сгонка III и II начальных сортов замедлялась только в два раза, и это повысило отбор I сорта с 65 до 82%, а при навалках крепостью 80° отбор I сорта удалось повысить еще более и достичь при 2-суточной ректификации 86,2%. На Лучковском спиртовом заводе 24—26 июня 1909 г. удалось отобрать 92% I сорта при замедлении отбора начальных сортов всего только в два раза.

Замедленные сгонки из крепких навалок в смысле расхода времени, пара и воды на дефлегматор более экономичны, чем быстрые сгонки из слабых навалок. Замедленная сгонка повышает выход спирта на 10—15%. При слабых навалках (крепостью 40—45°) замедленная сгонка увеличивает расход пара и уменьшает производительность аппарата.

Таким образом замедленная сгонка на аппаратах периодического действия при крепких навалках должна считаться основной работой.

2. Крепкие навалки

Практиковавшаяся ранее предварительная очистка спирта-сырца при помощи древесного угля, требующая крепости спирта-сырца 40—45%, долгое время была тормозом для применения крепких навалок. Кроме того считали, что крепкие навалки вызывают большой расход тепла, и чтобы уменьшить его, надо рассиropливать спирт до 50—60° (слабые навалки). Так например, E. Hausbrand в своем труде „Die Wirkungsweise der Rectifizier und Destillier Apparaten“ утверждает, что наименьшее количество тепла для перегонки спирта на ректификационном аппарате расходуется при крепости навалки в кубе около 60°. Однако, и после того как предварительную очистку спирта-сырца при помощи древесного угля перестали применять, многие возражали против крепкой навалки, ссылаясь на плохие вкусовые качества ректифици-

кованного спирта, полученного при крепких навалках. Но неудовлетворительное в некоторых случаях качество спирта крепких навалок обуславливается теми же причинами, по которым получается спирт плохого качества и из слабых навалок, а именно: неправильной предварительной химической очисткой и неправильной ректификацией (в особенности несоразмерно повышенным отбором I сорта и чересчур краткой задержкой спирта в колонне в начале сгонки). В этом случае к концу сгонки, в зависимости от конструкции змеевиков куба, большая или меньшая часть змеевиков обнажается, и пары спирта, воды и примесей подвергаются сильному нагреву, что ведет к весьма нежелательным реакциям. Экономически крепкие навалки выгодно перерабатывать путем замедленных сгонок.

Крепкие навалки не только повышают процент отбора I сорта, но и увеличивают производительность аппарата. Кроме того, значительно сокращается расход топлива, так как на испарение спирта требуется меньше тепла, чем на испарение воды. Для испарения воды при ректификации требуется 544 *Кал* тепла, а для испарения спирта — всего 205 *кал*. Поэтому чем крепче навалка куба, тем меньше нужно тепла для ее испарения. При крепости навалки 45° объемных для ее испарения нужно 412,4 *Кал* тепла; при крепости 80° объемных — всего 295,5 *Кал*.

Несмотря на то что крепкие навалки перегоняются с замедленной скоростью и значительными задержками спирта в колонне в начале сгонки, общий расход тепла меньше, чем при обычных слабых навалках, а кроме того и работа протекает равномернее. Получается около 19% экономии тепла. В таком же приблизительно размере увеличивается и производительность аппарата.

Увеличение производительности аппарата и процента отбора I сорта благоприятно влияет на сокращение потерь спирта при ректификации; они, примерно, на 20—30% меньше потерь при старых методах ректификации.

3. Сложные крепкие навалки

Наблюдения показали, что отбор последней трети ректификата I сорта и в особенности II концевого сорта требует увеличенного расхода тепла; при этом сильно сокращается производительность аппарата. При крепкой навалке в конце сгонки в куб приходится добавлять воду, чтобы при высокорасположенных змеевиках куба можно было продолжать работу на аппарате, не прибегая к помощи барботера вместо змеевиков. Все это заставляло прекращать сгонку, не отобрав из куба всего спирта. Тогда возникли так называемые сложные навалки. При сложных навалках куб наполняют спиртом (химически очищенным), многократно, причем из каждой навалки отгоняют не весь спирт, а около 85—90% его. Таких наполнений делают от 3 до 5.

Первоначально сгонку первой навалки обычно прекращали, оставив в кубе еще около 10% спирта I сорта помимо концевых сортов. Впуск пара в змеевики прекращали и прерывали сгонку, отогнав всего 85% содержимого куба. Через 30—40 мин., когда аппарат охлаждался, приступали к новой навалке спирта, предварительно химически обработанного. Вторую навалку делали меньших размеров, чем первую, так как учитывали оставшуюся в кубе жидкость. Содержимое куба вновь прогревали, и аппарат начинал снова работать. Первоначально ограничивались только двумя навалками, затем число навалок стали увеличивать. При этом от каждой навалки стремились отобрать возможно больше спирта, чтобы в кубе оставалось меньше жидкости. Стали отгонять 90% спирта от содержимого в кубе. Чтобы следующие навалки в кубе имели большую крепость, вторые и третьи навалки стали давать из неразбавленного сырца и вторых начальных сортов спирта. Но и при этих условиях третья навалка имела крепость ниже 80°. Дальнейшие навалки вследствие сильного ослабления крепости оказывались невыгодными. Например, шестая навалка имела бы крепость всего около 56—57° объемных. Поэтому ограничивались тремя навалками, причем третью навалку сгоняли уже до конца. Количество сивушного масла в кубе с каждой навалкой все увеличивалось. Если первая навалка содержала 0,4% сивушного масла, то 3-я имела его 1,33%, а шестая содержала бы уже 3,08%. При таком проценте сивушного масла значительно понижалась производительность аппарата.

Повышенное содержание сивушного масла в кубе при повторных навалках заставляет сгонять последнюю треть спирта I сорта при повышенной крепости, чтобы сивушное масло не могло попасть в I сорт. Но повышенное содержание сивушного масла сказывается на работе колонны аппарата задолго до конца отбора I сорта. Колонна работает беспокойно, неровно, беспричинно изменяется скорость хода спирта в фанаре.

Накопление сивушного масла в кубе дает возможность при окончательной сгонке спирта легко получать сивушное масло почти в чистом виде. Оно поступает в фанарь прозрачным и легко разделяется на сивушное масло и сопровождающую его спиртовую жидкость. При сложных крепких навалках из спирта нормального качества выход I сорта достигает 89—90%. Производительность аппарата значительно увеличивается даже по сравнению с производительностью при простых крепких навалках. Увеличение это доходит до 16%. По сравнению же с простыми слабыми навалками производительность аппарата может увеличиться на 35%. Значительно сокращается расход топлива: примерно на 12,5% по сравнению с крепкими навалками и до 30% по сравнению со слабыми навалками. Это увеличение производительности и уменьшение расхода топлива при работе со сложными крепкими навалками получается за счет сокращения времени перегонки последних фрак-

ций I сорта и концевых сортов. В настоящее время эта перегонка делается один раз, а не каждую навалку.

Таким образом при сложных крепких навалках применяются все рассмотренные ранее способы работы: замедленная сгонка и крепкие навалки. В итоге достигаются повышенная производительность аппарата, высокий отбор I сорта от навалки, уменьшение расхода топлива и значительное сокращение потерь спирта при ректификации.

При всех описанных способах работы на ректификационном аппарате получаемые в качестве полупродукта III сорта подвергаются переработке или на том же ректификационном аппарате, но с навалкой из одних III сортов, или в специальном небольшом ректификационном аппарате.

При переработке III сортов слабыми навалками без применения замедления сгонки не удавалось получать I сорта; получалось лишь 50—60% спирта II сорта, который в дальнейшем подвергался ректификации совместно с сырым спиртом.

В дальнейшем, при перегонке III сортов начали применять крепкие навалки с замедлением сгонки и предварительную химическую очистку. При этом способе стали получать из III сорта сразу 40—50%, а иногда даже и до 60% I сорта.

Вследствие сложности этой переработки III сортов было необходимо искать таких методов работы на периодически действующем ректификационном аппарате, которые позволили бы сразу на одной колонне перерабатывать все получаемые сорта, дали бы возможность аппарату работать более производительнее и сделали бы излишней отдельную переработку III сорта. В результате появился особый метод ректификации спирта с введением на тарелки колонны низших сортов спирта в строго определенном порядке.

4. Ректификация спирта с вводом в колонну низших сортов ректификата

Метод этот разработан на основе наблюдения за работой непрерывно действующих ректификационных аппаратов, в которых примеси спирта концентрируются в строго определенных местах, откуда они и удаляются. Для применения аналогичного метода работы на периодически действующем аппарате было предложено не смешивать низшие сорта ректификата между собой, а собирать их отдельно и в нужные моменты вводить в определенные места колонны. При периодической ректификации особенно трудно удаляются головные примеси (затрачивается много времени и тепла); поэтому применение нового метода выделения головных примесей обещало экономические и технические выгоды. Метод заключается в следующем.

В начале сгонки заполняют ректификационную колонну II начальным сортом, содержащим больше головных примесей, чем

взятый для ректификации спирт-сырец. Когда колонна заполнена и весь начальный II сорт спущен в нее, то туда же на верхнюю тарелку через погонную трубу подается III начальный сорт. Выделяющиеся из него на верхних тарелках спиртовые пары по закону ректификации богаче головными примесями, чем вводимый в погонную трубу III начальный сорт. Пока длится спуск III начального сорта, производится задержка спирта в колонне (15—30 мин. после спуска), чтобы еще больше сконцентрировать головные примеси. Получается большая концентрация головных примесей. Ввод начальных сортов в колонну позволяет увеличить навалку спирта-сырца. Концевые сорта вводят в куб в конце сгонки, за несколько часов до конца отбора I сорта. Вследствие этого первая навалка целиком состоит из спирта-сырца, в то время как при обычном методе работы в навалку входят вторые сорта. Концевые сорта вводят в куб только при той сгонке, при которой весь спирт будет отгоняться полностью. Таким образом при описанном методе ректификации применяются указанные ранее способы: крепкие навалки, замедленные сгонки и сложные навалки.

Кроме того введено выбрасывание сконцентрированных примесей из самых верхних тарелок колонны. Выбрасывание заключается в том, что III начальный сорт сгоняют некоторое время с малой скоростью, например в пять раз медленнее I сорта, затем быстро — в три раза быстрее, т. е. со скоростью, равной $\frac{3}{5}$ скорости сгонки I сорта, пока не сгонится содержимое 3—5 верхних тарелок колонны. Дальше вновь уменьшают скорость отбора III сорта до $\frac{1}{5}$ скорости отбора I сорта. При этом возможна и краткая задержка спирта в колонне (в течение 5 мин.) для накопления в колонне III начального сорта. Так ведут сгонку, до тех пор, пока не отберут весь III начальный сорт, что устанавливается пробой на серную кислоту без кипячения. Точно таким образом отбирают и II начальный сорт: некоторое время — с малой скоростью (например в четыре раза медленнее отбора I сорта), а затем быстро — со скоростью, равной $\frac{4}{5}$ скорости отбора I сорта. Так сгоняется содержимое 3—5 верхних тарелок колонны. Такое выбрасывание ускоряет удаление эфиров и альдегидов из колонны, а выбрасывание содержимого верхних тарелок перед переводом на I сорт улучшает его качество, о чем свидетельствует проба Ланга, производимая в момент перевода на I сорт.

Ректификация по этому методу протекает следующим образом. Химически очищенный спирт-сырец загружают в куб, в котором от последней сгонки сложной навалки оставляют столько воды, чтобы в кубе получилась навалка крепостью 80°. За наполнением куба следят по водомерному стеклу. Одновременно с наполнением куба пускают пар через барботер, но как только в куб поступит столько спирта-сырца, что змеевики целиком закроются, впускают пар в змеевики, а впуск пара через барботер прекращают. Прогрев куба и аппарата стремятся закончить возможно быстрее. Как толь-

ко прогреется колонна до дефлегматора, и погон из дефлегматора пойдет в колонну, начинают спускать II начальный сорт из стоящего на этаже дефлегматора напорного чана, куда он был заранее перекачан. II начальный сорт пускают через погонную трубу на верхнюю тарелку колонны со скоростью отбора I сорта. В это время производится задержка спирта в колонне, которая длится в продолжение спуска II, а затем III начальных сортов и некоторое время (15—30 мин.) после спуска III начального сорта. Если выше колонны имеется еще особый небольшой чан для III начального сорта, то его заблаговременно накачивают III начальным сортом из особого приемника. Если же имеется только один небольшой напорный чан, то, не дожидаясь, пока сойдет весь II начальный сорт, начинают перекачивать в него III начальный сорт, прикрывая вентиль на спускной трубе настолько, чтобы III сорт сходил в колонну с половинной скоростью отбора I сорта.

Во время спуска начальных сортов и задержки аппарата альдегиды и эфиры спирта-сырца непрерывно поднимаются из куба и, проходя колонну, смешиваются с альдегидами и эфирами начальных сортов и достигают дефлегматора. Выпущенный в фонарь спирт содержит большое количество эфиров и альдегидов желто-зеленого цвета. При хлебно-картофельном спирте-сырце альдегиды и эфиры отбирают в количестве 0,25% от взятого в куб спирта-сырца, а при паточном спирте — до 0,5%. Эфиры и альдегиды отбирают отдельно от III начального сорта только в том случае, когда III начальный сорт не берут на денатурацию, а подвергают дальнейшей перегонке для получения ректификата. В таком случае при хлебно-картофельном спирте-сырце отбирают около 2,25% III начального сорта, а при паточном 4,5%.

Перевод на II начальный сорт правильнее всего делать по пробе с серной кислотой без кипячения. Окраска смеси спирта с кислотой должна быть желто-соломенного цвета — светлее, чем смеси спирта-сырца с серной кислотой без кипячения. Проба при переводе гарантирует хорошее качество II начального сорта, а сильная концентрация головных примесей в III начальном сорте обеспечивает лучший отбор и понижает процент отбора этих примесей в III начальный сорт.

Перевод с одного сорта на другой без пробы, по отобранному количеству спирта не гарантирует правильной сортировки продуктов ректификации и может понизить ее эффективность. Поступающий на ректификацию новый спирт-сырец необходимо подвергать анализу. Если этот спирт-сырец содержит повышенное количество альдегидов и эфиров, то строгое соблюдение ранее установленных процентов отбора сортов может привести к загрязнению I сорта. Необходимо также тщательно наблюдать за его ректификацией и переводить с сорта на сорт обязательно по пробе. На практике ректификаторы иногда производят переводы с сорта на сорт по запаху и вкусу, но это очень опасно, так как

часто возможны ошибки, которые приводят к понижению качества спирта и производительности аппарата.

III начальный сорт отбирают способом выбрасывания и задержки. Как уже указывалось, III начальный сорт отбирается со скоростью, равной $\frac{1}{2}$ скорости отбора I сорта, а выбрасывание совершается со скоростью $\frac{3}{2}$ скорости отбора I сорта. Выбрасывание III начального сорта производится с 3 верхних тарелок полностью. Если фактическая емкость тарелок неизвестна, то ее определяют теоретически. При ситовых тарелках для этого умножают площадь сечения колонны в квадратных метрах на высоту слоя, выраженную в долях метра. Полученное произведение, выраженное в долях кубического метра, для перевода в декалитры умножают на 100.

Пример. Диаметр ректификационной колонны — 1 м, сечение — 0,785 м², а высота слоя жидкости — 30 мм, т. е. 0,03 м. Следовательно, емкость тарелки составит $0,785 \cdot 0,03 = 0,0235$ м³, или 2,35 дкл.

При тарелках с многими круглыми, а также прямыми и кольцеобразными колпачками вводится коэффициент 0,6 ввиду того, что часть сечения колонны занимают колпачки, где спирта не бывает. В остальном вычисление остается таким же, как и при ситовых тарелках.

Если бы в приведенном выше примере применялись тарелки с прямыми колпачками (такую колонну иногда называют щелевой), то емкость тарелок была бы равна

$$0,785 \cdot 0,6 \cdot 0,03 = 0,01416 \text{ м}^3 = 1,416 \text{ дкл},$$

т. е. в тарелке содержалось бы 1,416 дкл спирта.

Во время работы колонны слой жидкости на тарелке обычно бывает выше, чем высота сливного стаканчика (верха сливной трубки) примерно на 5 и даже до 10 мм. Это зависит от диаметра сливной трубки. Чем больше ее диаметр, тем меньше высота этого добавочного слоя. При подсчете емкости тарелки следует принимать в расчет также высоту добавочного слоя.

По окончании выбрасывания делается краткая (5-минутная) задержка спирта в колонне, для того чтобы вновь накопить головные примеси. Во время отбора III начального сорта можно сделать два выбрасывания: в начале отбора — сейчас же после прохода альдегидов и эфиров — и перед концом отбора III начального сорта. В конце отбора после выбрасывания делают пробу серной кислотой без кипячения и, если проба хороша, то тотчас переводят на II начальный сорт.

Отбор этого сорта ведут быстрее, чем III сорта, обычно со скоростью $\frac{1}{4}$, а при особо хорошем спирте-сырце — даже при $\frac{1}{2}$ скорости отбора I сорта. Во время отбора II начального сорта точно так же производят выбрасывание, но с 5 верхних тарелок и со скоростью, равной $\frac{1}{2}$ скорости отбора I сорта. Обычно этого сорта в среднем отбирают: при хлебно-картофельном спирте-сырце

около 4%, а при паточном — даже 8% от взятого в навалку спирта-сырца. Выбрасывание спирта следует делать с таким расчетом, чтобы после него можно было переводить кран на I сорт.

Перевод на I сорт можно делать по пробе на серную кислоту с кипячением, по пробе с реактивом Молера на содержание альдегидов или, наконец, по пробе Ланга, причем спирт должен был выдерживать пробу Ланга минимум 10—12 мин. Наиболее быстро производится проба с реактивом Молера, дающая наглядный результат. Если в исследуемом спирте головных примесей содержится больше, чем допускается стандартом, то проба окрашивается значительно раньше положенных 20 мин. Едва заметная слабо-розовая окраска, наблюдаемая через 20 мин., свидетельствует о том, что спирт отвечает стандарту. Проба серной кислотой требует чистой серной кислоты, тщательного выполнения процесса кипячения и точного определения момента вскипания, в который и следует прекращать кипячение.

При переходе со II сорта на I вечером или ночью при искусственном освещении трудно хорошо различить окраску пробы и точно определить полученный результат. Поэтому и вечером и ночью удобнее пользоваться пробой с реактивом Молера.

Проба Ланга требует относительно много времени, так как производится при строго определенной температуре (15°С), до которой необходимо доводить испытуемый спирт. Кроме того в вечернее и ночное время трудно определить конец реакции.

Отбор I сорта производят вначале со скоростью выбрасывания II начального сорта, но постепенно скорость сгонки увеличивают до максимальной, стремясь достигнуть ее в течение первого часа.

Максимальной скоростью отбора называется та скорость, при которой крепость I сорта не падает ниже заданной.

По стандарту крепость ректификата I сорта должна быть равна 95,5°. Поэтому во время отбора I сорта работу ведут так, чтобы общий слив ректификата I сорта обязательно имел крепость не ниже 95,5°, но не выше 95,6°, так как чем выше крепость ректификата I сорта, тем ниже производительность аппарата.

С другой стороны, в конце отбора I сорта, когда температура в кубе повышается и приближается к 100°, возникает опасность, что в I сорт попадет значительное количество сивушного масла, хорошо растворяющегося в менее крепком спирте и значительно хуже в спирте крепостью 96°. Поэтому отбор I сорта ведут при разной крепости. Пока в кубе крепкая жидкость и температура в пределах от 86—88 до 95°, опасность загрязнения I сорта сивушным маслом незначительна, и скорость сгонки значительно выше, чем в конце отбора, но при этом крепость I сорта держат равной 95,2—95,3°.

При такой крепости производительность аппарата получается максимальной ввиду того, что для получения этой крепости тре-

буется минимальное погонное число — около 2, а при хорошей конструкции тарелок — даже и 1,75. С такой скоростью отбирают 75% всего I сорта. Остальной I сорт отбирают крепостью, постепенно возрастающей и доходящей к концу отбора до 96,2°. При повышении крепости скорость сгонки, разумеется, значительно убавляется. Особенно сильно снижается скорость сгонки I сорта при последующих навалках, когда в кубе перегоняемая жидкость с каждой навалкой делается слабее и слабее. Поэтому, если при первой навалке последняя четверть сгонки I сорта производится со скоростью, равной 70% от максимальной скорости, то при второй навалке она производится при скорости только 60%, а при третьей скорость приходится снижать даже до 50%. Количество сивушного масла в кубе увеличивается с каждой навалкой, и, следовательно, повышается его процентное содержание и возрастает опасность попадания сивушного масла в I сорт ректификата. Поэтому сгонку последних фракций (30%) I сорта необходимо вести особенно осторожно при повышенной крепости спирта и с пониженной скоростью. Нередко спиртоприемник I сорта имеет емкость только на одну сгонку, и сдача ректификата бывает ежедневно. Для того чтобы сдаваемый ректификат имел стандартную крепость, ежедневно приходится жертвовать скоростью отбора: с максимальной скоростью отбирают только 50% ректификата, т. е. при крепости 95,3°, затем каждый час повышают крепость на 0,1°, пока не достигнут стандартной крепости, при которой и заканчивают отбор 75% I сорта. Далее повышают крепость спирта сверх стандарта, пока не будет закончен отбор I сорта.

Сгонку первой навалки прекращают на I сорте, когда отогнано 92% спирта всей навалки. Не закрывая пара, задерживают спирт в колонне путем пуска большого количества воды на дефлегматор, так что спирт перестает поступать в сортировочный фонарь. Закрывают кран для отбора I сорта и открывают краны для отбора эфиров, а если последних не отбирают, то открывают кран на сборник III начального сорта. После этого приступают к производству второй навалки. Она производится при рабочем давлении аппарата, которое необходимо удерживать все время, следя за тем, чтобы это давление во время производства навалки не спускалось ниже 1 м вод. ст. по паровому регулятору или ниже 0,1 ат по металлическому манометру. Во время второй навалки первоначально наполняют куб химически обработанным сырцом. Для того чтобы сразу сильно не понизить давление в аппарате, сначала кран, впускающий навалку в куб, открывают не полностью (на $\frac{1}{3}$). Если до этого пар не поступал в куб через барботер, то теперь его необходимо пустить в таком количестве, чтобы навалка нагрелась возможно быстрее. Когда змеевики покроются спиртом, выпуск пара в куб через барботер прекращают. Впускной кран постепенно открывают все больше и больше, следя за тем, чтобы давление в кубе не падало ниже 0,1 ат. Наполнить куб спиртом

стремятся возможно быстрее, и когда весь спирт сойдет в куб, а давление в нем поднимется до нормального рабочего давления, приступают к выпуску II и III начальных сортов. В это время спирт, как и при первой сгонке не поступает в сортировочный фонарь. После спуска III начального сорта делается задержка спирта в колонне на 15—30 мин., дальше работа идет так же, как и во время производства первой сгонки.

Вторая сгонка также заканчивается во время отбора I сорта, когда будет отогнано 92% спирта из куба. Третью навалку делают так же, как и вторую, при давлении в аппарате не ниже 0,1 ат. Эта сгонка проводится так же, как и вторая, но если она должна быть последней, то отбирают полностью весь I сорт. Концевые сорта от предыдущей сложной навалки вводят в куб за несколько часов до конца отбора I сорта.

Начало ввода концевых сортов зависит от продолжительности сгонки навалки куба. Если содержимое куба перегоняется в течение суток, то спуск концевых сортов начинают за 4 часа до окончания отбора I сорта, при 1½-суточной сгонке — за 5 часов и при 2-суточной — за 6 часов. Спускать концевые сорта нужно медленно, со скоростью, равной половине максимальной скорости отбора I сорта.

Конец отбора I сорта определяют пробой с салициловым альдегидом по способу Комаровского. Пробу начинают производить за полчаса до конца отбора I сорта. После того как взятая проба дает сразу красную окраску (см. главу III), т. е. покажет наличие сверхпредельного сивушного масла в ректификате, отбор I сорта прекращают и начинают отбирать II концевой сорт.

В настоящее время концевые сорта, как уже было сказано выше, не разделяют больше на два сорта и называют их просто концевым сортом. Концевые сорта сгоняются с максимальной скоростью сгонки I сорта. Когда в сортировочном фонаре крепость спирта понизится до 92°, включают барботер, а змеевики, если они не покрыты жидкостью, выключают. Пар в барботер пускают до тех пор, пока паровой регулятор не покажет нормальное давление в аппарате.

Во время отбора концевого сорта при крепости спирта 80—85° и при температуре в кубе 100—103° в фонаре появляется сивушное масло. Оно поступает в сивухопромыватель, где смешивается с промывной водой. Всплывающее наверх сивушное масло (промытое), уже не содержащее сопутствующего ему спирта и как отвечающее стандарту, направляют в сборник сивушного масла. Промывные же воды из сивухопромывателя, содержащие спирт, спускают в чан концевых сортов.

В проходящей через сортировочный фонарь жидкости следует определять приблизительное содержание сивушного масла. При сложной навалке в фонаре часто не бывает эмульсии сивушного масла, обычно наблюдаемой при простых навалках. Поэтому ког-

да поступающий в фонарь спирт имеет крепость 85° , а жидкость принимает маслянистый вид, набирают половину стакана жидкости, разбавляют ее водой, взбалтывают, и как только жидкость успокоится и отстоится, устанавливают, имеется ли в ней сивушное масло. Иногда во взятой пробе получается значительный слой сивушного масла, но даже если этот слой равен только $\frac{1}{5}$ высоты взятой пробы, жидкость из фонаря направляют в сивухопромыватель. Здесь с ней поступают согласно указаниям, данным в гл. II.

Уже во время прохождения сивушного масла через сортировочный фонарь в жидкости, находящейся в кубе, больше не содержится спирта, почему и рекомендуется спускать в это время излишек ее из куба. Часть жидкости оставляют в кубе для того, чтобы она, будучи смешана со впускной в куб навалкой и водой, находящейся на тарелках колонны, дала навалке крепость 80° . Такой спуск отработанной в кубе жидкости (люттерной воды) во время работы аппарата при давлении увеличивает производительность аппарата и сокращает потери спирта, причем имеющееся в это время в аппарате давление ускоряет процесс спуска, который при старом методе работы иногда затягивался надолго. После того как поступление сивушного масла в фонарь прекратится, снова начинают отбирать концевые сорта, для чего закрывают кран для отбора сивушного масла и вновь открывают кран для отбора концевых сортов. Сгонку спирта продолжают при колпачных тарелках до 5° , а при ситовых — до 3° по Траллесу.

Следующую сложную навалку целесообразно с самого начала осуществлять под давлением. Это ускоряет процесс ректификации, сокращает продолжительность нагрева навалки, уменьшает количество времени на создание давления в аппарате и в конечном итоге ускоряет момент получения I сорта.

5. Способ Гильома

При замедленной сгонке крепость спирта на верхних тарелках очень быстро достигает 96° и даже выше, вследствие чего выделение головных примесей сильно затягивается. Гильом в основу своего способа положил следующие принципы:

1) коэффициенты испаряемости головных примесей спирта с уменьшением концентрации кипящих спиртовых жидкостей увеличиваются почти втрое, и потому примеси становятся более летучими;

2) коэффициенты испарения промежуточных примесей (изомасляноэтиловый и изовалерьяноэтиловый эфиры) при достижении крепости на верхних тарелках $83-93,5^{\circ}$ становятся меньше единицы. Промежуточные примеси эти очень долго задерживаются на верхних тарелках колонны и тем самым отдалают получение хорошего ректификата.

Для более быстрого и полного удаления головных примесей и более успешного отбора промежуточных примесей Гильом пред-

лагает понижать крепость флегмы на тарелках колонны впуском горячей конденсационной воды. При двух- или трехкратном впуске воды колонна быстро освобождается от головных примесей, количество III и II начальных сортов уменьшается, а выход I сорта повышается. Гильом рекомендует понижать крепость содержимого верхних тарелок до 20—15°, так как при этой крепости головные примеси наиболее легко отделяются. Способ Гильома был патентован, но распространения на территории СССР не получил. Его применяли лишь на отдельных заводах.

На Артемовском спиртовом заводе после спуска навалки в куб, прогрева аппарата и приблизительно 1½-часовой задержки (захлаживания дефлегматора) в момент появления в фонаре эфиров из небольшого чанка с горячей конденсационной водой на вторую сверху тарелку пускали горячую воду (температурой около 85°) со скоростью, равной ¼ скорости отбора I сорта. Воду впускали до тех пор, пока продолжался отбор эфиров III начального сорта и в течение примерно 1½ часа отбора II начального сорта. Впуск воды в колонну регулировали в зависимости от крепости спирта в фонаре с тем, чтобы эфиры и III начальный сорт имели крепость не ниже 90° и чтобы аппарат работал без перебоев.

Наиболее благоприятные результаты получаются при одновременном впуске воды через 2, 3 и 15-ю тарелку сверху. Такая работа на аппарате позволила заводу увеличить отбор I сорта на 5,62—5,97% в зависимости от того, через какое количество тарелок одновременно пускалась вода. При пуске воды через три тарелки (2, 3 и 4-ю) отбор увеличивался на 5,97%, а через одну тарелку (2-ю) — всего на 5,62%.

Ни в коем случае нельзя вместо конденсационной воды применять горячую воду из дефлегматора, так как на тарелках может образоваться накипь, которая в конце концов остановит работу колонны.

На Стадницком спиртовом заводе способ Гильома был несколько видоизменен. Конденсационная вода вместе с флегмой периодически (а не непрерывно) вводилась в погонную трубу во время выпуска из аппарата эфиров и III и II начальных сортов. Результаты получились и здесь благоприятные: отбор I сорта увеличился на 6—7%. По сообщению инж. Ю. И. Челушкина, способ Гильома дает увеличение выхода I сорта на 8—10%.

Способ Гильома на Артемовском спиртовом заводе дал сравнительно низкое увеличение выхода, повидимому, оттого, что там применяли непрерывный впуск воды одновременно на три тарелки, между тем как по этому способу требуется двух- или трехкратный впуск горячей конденсационной воды.

Внедрению способа Гильома мешает затруднение в подаче конденсационной воды на этаж дефлегматора. При работе по способу Гильома необходимы производительный конденсационный горшок, повышенное давление пара в змеевиках и установка специального

чана для сбора конденсационной воды, необходимой в течение ограниченного промежутка времени (в остальное время она совершенно бесцельно будет подаваться на большую высоту). Вместе с тем змеевики, обогревающие аппарат, будут сильно страдать от повышенного давления. Этими недостатками и объясняется слабое распространение способа Гильома на ректификационных заводах СССР.

6. Навалка спирта-сырца через колонну аппарата

Навалка через верхнюю тарелку колонны. Было предложено предварительно подогретую навалку вводить не непосредственно в куб, а через верх ректификационной колонны. Нагретый до некоторой температуры в сортировочном чане спирт-сырец поглощает в колонне теплоту из поднимающихся из куба спиртовых паров и, пройдя путь от верхней тарелки колонны до куба, успевает освободиться от большей части содержащихся в нем головных примесей.

Пока идет наполнение куба спиртом-сырцом, головные примеси все более и более концентрируются в верхней части колонны и с первым погоном (эфиры и III начальный сорт) выводятся из аппарата. При таком способе достигается выход спирта I сорта до 92%, а иногда и несколько больше.

Навалка производится следующим образом. Вместе со II сортом в куб спускается 150 *дкл* воды для разбавления спирта-сырца первой навалки до 80° и для получения в кубе слоя жидкости, достаточного для полного покрытия змеевиков. Аппарат прогревают до дефлегматора, затем начинают спуск сырца на верхнюю тарелку из расчета 400—420 *дкл/час* (т. е. со скоростью, соответствующей 7-кратной скорости отбора I сорта), поддерживая давление по водомерному стеклу парового регулятора в 110—140 *см вод. ст.* Сырец перед поступлением в колонну не подогревают. Было замечено, что делать навалку при температуре ниже 15° не продуктивно, так как в этом случае для отбора эфира и III начального сорта в период ввода спирта-сырца приходится несколько замедлять скорость его впуска в колонну. В течение первого часа после спуска в фонарь отбора не делают. По истечении часа отбирают 1,5—2 *дкл* эфиров, выделенных из II сорта и из 420 *дкл* спирта-сырца, прошедших за это время через колонну. В остальные 2—2,4 часа спуска спирта-сырца отбирают 5—6 *дкл/час* часть начального III сорта.

По окончании спуска спирт задерживают в колонне на 15—20 мин., после чего в течение 10—15 мин. отбирают еще 4—5 *дкл* эфиров, затем опять спирт задерживают на 15 мин., после чего выбрасывают за 15—20 мин. остальные 18—22 *дкл* III начального сорта. Отбор II сорта производится с выбрасыванием, как и в простых навалках: первая задержка спирта в колонне сле-

дует по окончании отбора III сорта, потом через $1\frac{1}{2}$ часа выбрасывание, снова замедление или полная задержка спирта в колонне, после чего выбрасывание. Так поступают два-три раза. Последнее выбрасывание осуществляется перед переводом на I сорт. Отбор I сорта производится обычным способом.

По количеству выхода I сорта и по производительности аппарата этот способ не дает преимуществ по сравнению с обычной (непосредственно в куб) трехсложной навалкой.

При навалке через колонну уже после 3% отбора спирта погон по проценту альдегидов можно было бы отнести к I сорту, эфиры же выделяются значительно хуже, чем при навалках непосредственно в куб. Кроме того начальные фракции загрязняются сивушным маслом.

Следовательно, ввод спирта-сырца в аппарат через первую верхнюю тарелку колонны с химической точки зрения следует считать не совсем удачным. Расход пара при этом способе значительно уменьшается: на 1 *дкл* ректификата I сорта (с учетом переработки третьих сортов) расходуется 16,19 кг пара, т. е. на 6,8% меньше, чем при обычной трехсложной навалке, и на 15,5% меньше, чем при одинарной навалке. Экономия пара достигается уменьшением расхода пара на прогрев, на задержку аппарата, отбор эфиров и отбор III и II начальных сортов. При обычной трехсложной навалке на эти операции затрачивается 3,75 кг пара для получения 1 *дкл* I сорта, а по вышеприведенному способу — всего 2,87 кг.

Навалка через 10-ю тарелку сверху, ввод начальных сортов на верхнюю тарелку колонны, а концевых — в куб. Этот способ ректификации представляет собой комбинацию способа ввода в колонну аппарата низших сортов ректификата со способом ввода навалки через верхнюю тарелку колонны. Но навалка здесь вводится не через верхнюю, а через 10-ю сверху тарелку. Ввод навалки перенесен на 10-ю тарелку с тем, чтобы дать альдегидам и эфирам лучше концентрироваться. При работе по этому способу применяются многосложные крепкие навалки и замедленные сгонки. Навалку не подвергают полностью предварительной химической очистке, так как не применяют марганцевокислого калия, опасаясь засорения колонны бурыми хлопьями перекиси марганца. Спирт-сырец обрабатывают лишь небольшим количеством каустической соды, чтобы только нейтрализовать кислоты спирта, но не производить омыления эфиров и тем самым избежать излишка каустической соды, который мог бы повредить полуду колонны.

Низшие сорта ректификата вводят в колонну, но в отличие от основного способа, описанного на стр. 63, II начальный сорт подают не на самую верхнюю тарелку, а на 10-ю сверху.

Для применения этого способа требуется, чтобы на этаже дефлегматора имелся передаточный чан, вмещающий хотя бы $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{5}$ всей навалки, и насос для перекачивания навалки, II и III на-

чальных сортов, если последний не забирается весь на изготовление денатурата, а подвергается ректификации. В этом случае требуется еще небольшой напорный чан для III начального сорта. Этот чан должен быть соединен спускным трубопроводом с погонной трубой, на которой ставят кран для регулировки скорости выпуска III начального сорта в колонну. Передаточный чан соединен спускной трубой с 10-й тарелкой сверху колонны и снабжен регулировочным краном, установленным на этаже управления аппаратом, под руками у аппаратчика. Для этого делают U-образное колено, служащее гидравлическим затвором. Передаточный чан снабжают поплавковым указателем уровня содержимого в чане, а шкалу указателя помещают на виду у аппаратчика, чтобы он согласно ее показаниям мог регулировать выпуск навалки в колонну.

Ректификацию по этому способу ведут следующим образом. В куб спускают столько спирта-сырца, чтобы им были покрыты змеевики, затем прогревают аппарат через змеевики; когда он прогреется до дефлегматора, начинают спускать остальную часть навалочного сырца через 10-ю сверху тарелку со скоростью, равной шестикратной скорости отбора I сорта.

Крайне важно, чтобы перед пуском спирта-сырца на 10-ю тарелку не только был прогрет аппарат до дефлегматора, но чтобы в колонне имелось давление в 1—1,4 м вод. ст. (по пружинному манометру 0,1—0,15 ат, а если он размечен на фунты, то 1,5—2 фунта на 1 кв. дюйм). Давление в 1,4 м вод. ст. в колонне требуется для того, чтобы выпускаемый спирт-сырец не проходил через отверстия сит, а стекал по сливным трубкам и при этом усиленно нагревался и поступал в куб температурой 83 или 85°. Спуск спирта-сырца продолжается несколько часов (не меньше 2), и поэтому, пока в течение первого часа спирт проходит по колонне, на верхних 10 тарелках концентрируются головные примеси. В этот час делается задержка. Крайне важно во время задержки не охладить чрезмерно верхние тарелки ректификационной колонны, что случается, если из дефлегматора возвращается холодный погон, температура которого нормально должна быть около 60°. По прошествии часа спирт выпускают в фонарь. Но при этом получают эфиры только из той части спирта, которая проходит в куб. Поэтому спирт, получаемый во время спуска спирта-сырца, называют при этом способе III начальным сортом. Его отбирают в час только в количестве 2% при хлебно-картофельном и 2,5% при латочном спирте. Так например, если через колонну поступает в куб 360 дкл спирта-сырца, то III начального сорта отбирают в час при хлебно-картофельном спирте:

$$\frac{360 \cdot 2,0}{100} = 7,2 \text{ дкл.}$$

Как только весь спирт-сырец сойдет через колонну в куб, тотчас же пускают на 10-ю тарелку II начальный сорт, но более мед-

ленно (с трехкратной скоростью отбора I сорта). В это же время по погонной (флегменной) трубе спускают III начальный сорт, но со скоростью, в полтора раза большей скорости отбора I сорта. Когда в колонну введены начальные сорта, прекращают отбор III начального сорта и делают задержку спирта в колонне в течение 15—20 мин. Во время спуска III начального сорта в колонну из фонаря спирт не отбирается. После задержки спирта в колонне спирт в фонарь должен поступать медленно, фактически это — сконцентрированные головные примеси, обычно называемые эфирами.

После отбора эфиров еще раз делают краткую задержку спирта в колонне на 5 мин. и производят выбрасывание III начального сорта с 3 верхних тарелок колонны со скоростью, равной $\frac{3}{5}$ скорости отбора I сорта. После выбрасывания III начального сорта опять переходят на медленный отбор его, пока не отберут 3% от взятого в навалку сырца при хлебно-картофельном и 4% при паточном спирте. При этом способе отбирают почти столько же II начального сорта, как и при обычной трехсложной навалке вследствие того, что головные примеси довольно долго не отделяются, превышая норму.

При хлебно-картофельном спирте рекомендуют отбирать 4%, а при паточном даже до 8%.

Перевод на отбор I сорта делают обязательно по пробе Савалля (кипячение с серной кислотой) или реактивом Молера. При хорошей конструкции аппарата и хорошем спирте-сырце количество II начального сорта уменьшается и доходит даже до 3% при хлебно-картофельном спирте или до 6% при паточном. Отбирают II начальный сорт со скоростью, равной $\frac{1}{3}$ скорости отбора I сорта. Во время отбора II начального сорта, после того как взято $\frac{2}{3}$ спирта, делают выбрасывание с 3—4 верхних тарелок со скоростью отбора I сорта; произведя выбрасывание, начинают брать пробы для перевода на I сорт.

После перевода на I сорт работа ведется одинаково при всех способах. Сгонка продолжается до тех пор, пока не будет отобрано 92% безводного спирта от навалки куба, после чего выход спирта в фонарь прекращают обильным впуском воды в дефлегматор. Как только прекратится поступление спирта в фонарь, начинают производство второй навалки, пуская спирт через 10-ю тарелку сверху и поступая в дальнейшем, как и при первой навалке. Сгонку второй навалки точно так же останавливают после отбора 92% спирта от навалки куба. Затем приступают к третьей навалке и сгонке, которую теперь ведут уже до конца. При этом, как и в способе, описанном на стр. 69, за 4—6 час. до конца отбора I сорта спускают концевые сорта, а там, где имеется сивухопромыватель, — то и водно-спиртовую жидкость из него. При этом отбор I сорта — его последней трети — ведут особенно осторожно. Скорость отбора I сорта ежечасно снижают и крепость его повышают с таким расчетом, чтобы в последний час отбора она была

не ниже 96,2°. Переводят с I сорта на концевые сорта по пробе Комаровского с салициловым альдегидом. Сгонка заканчивается, как и при всех остальных методах.

Исследованием научно-исследовательского сектора по спирту Киевского химико-технологического института пищевой промышленности им. А. И. Микояна установлено, что при этом способе: 1) повышается производительность аппарата; по сравнению с производительностью при сложной тройной навалке она составляет 110,2%, а при простой одинарной 113,3%; 2) получается ректификат хорошего качества из необработанной марганцевокислым калием навалки; 3) расход пара при ректификации по этому способу наименьший: на 1 *дкл* I сорта затрачивается 15,48 кг пара, т. е. на 10,9% меньше, чем при сложной тройной навалке, и на 19,2% меньше, чем при простой одинарной навалке.

Несмотря на значительный технический и экономический эффект, этот способ не нашел повсеместного распространения как вследствие того, что для осуществления его требуется переоборудование аппарата и установка парового насоса, а также вследствие сложности работы в начале сгонки до отбора I сорта.

7. Усовершенствованные способы работы

Описанные выше способы работы на периодически действующем ректификационном аппарате являются далеко не совершенными. Малая продуктивность аппаратов, т. е. получение ректификата I сорта всего лишь в течение 15 час. в сутки и только в исключительных случаях — в течение 17 час., низкий коэффициент полезного действия ректификационного аппарата (62,5%), иногда повышавшийся до 70—83%, — все это заставило работников советской ректификации пересмотреть все процессы.

Бросалось в глаза большое количество лишнего времени, затрачиваемого на производство навалки в куб. Иногда загрузка куба длилась 2—3 часа. Задержка и прогрев аппарата отнимали лишнее время и влекли за собой лишний расход пара и воды. Отбор III и II начальных сортов с выбрасыванием и задержками отнимал еще больше времени, и ректификат начинали получать только через 8—10 час. после пуска аппарата. При работе одинарными навалками (способ этот иногда применяется и в настоящее время) затрачивается время на отбор концевых сортов и сивушного масла.

Полное освобождение аппарата от остатков спирта еще больше увеличивает непроизводительный расход времени. Даже спуск отработанной воды из куба на некоторых (особенно отсталых) заводах отнимает 1½—2 часа вместо 10—20 мин. при правильно производимой работе.

Стахановские методы работы, применяемые в настоящее время, заключаются в максимальном уплотнении рабочего процесса ректификации, а иногда и выполнении нескольких процессов в одно и то же время. Оказалось возможным, например, одновременно производить спуск навалки, предварительно подогрев ее вне куба, и немедленно доводить до кипения поступающий в куб спирт. Благодаря этому аппарат начинает работать уже во время загрузки куба. Улучшение условий выделения головных примесей сделало возможным быстрый их отбор и значительно сократило время, затрачиваемое на освобождение навалки от головных примесей; в результате отбор I сорта стал более продолжительным. Применение многосложных навалок с промежуточным спуском воды из куба (применяется на заводах с колоннами большого диаметра и кубом малой емкости) и одновременный отбор I сорта и сивушного масла также содействовали поднятию производительности аппарата. Спуск отработанной воды из куба, нередко отнимавший ранее до 1 часа времени, при современных стахановских методах обыкновенно производится во время отбора концевых сортов и при наличии давления в аппарате. В итоге на эту операцию совершенно не требуется дополнительного времени, и она длится всего 15—20 мин., совпадая иногда с концом отбора I сорта. Понижение крепости I сорта до 95,5° также увеличивает часовую производительность колонны. Однако при спирте-сырце плохого качества оно может привести к снижению качества ректификата. Во избежание этого предложен новый метод химической очистки непосредственно в ректификационной колонне одновременно с ректификацией спирта. Подобное описание способов, применяющихся в настоящее время, приведено ниже.

Ускоренное производство навалки и отбора головных примесей. На одном из спиртовых заводов, поставленном перед необходимостью перекачивать навалку из сортировочного чана в куб при помощи парового элеватора (упрощенного парового инжектора), пришли к заключению, что для успешного выделения головных примесей необходимо распылять поступающую в куб струю спирта в капли. Капли эти, падая в куб, по пути нагреваются и выделяют легко кипящие головные примеси. Чтобы осуществить это распыление, к штуцеру, через который навалка поступает в куб, присоединяют трубу, идущую в центр куба и заканчивающуюся обращенным вверх коническим распылительным сосудом. На верхнем днище его и на $\frac{2}{3}$ боковой поверхности расположены отверстия диаметром 2 мм. На этом заводе нагнетательная труба парового элеватора имеет внутренний диаметр 50 мм; на конец ее надет конический распылитель, имеющий внизу диаметр 85 мм, а сверху 210 мм при высоте 180 мм. Днище его выпуклое. На верхнем днище и на $\frac{2}{3}$ боковой поверхности помещено 1214 отверстий диаметром 2 мм. Площадь всех отверстий распылителя равна 3812 мм², в то время как сечение трубы, по которой подается спирт элеватором,

равно всего только 1963 мм², т. е. площадь отверстий для выхода спирта вдвое больше площади сечения трубы.

Несмотря на то, что на заводе установлен ректификационный аппарат Савалля с кубом емкостью 1300 дкл и тарелкой Эккерта, разделяющей куб на две неравные части (чем уменьшается полезная емкость куба), в нижнюю часть куба все же загружают при первом наполнении куба около 1125 дкл водного, или 1063,39 дкл безводного спирта.

Во время наполнения куба с помощью парового элеватора в начале подачи спирта в куб пускают пар в барботер, и нужное давление в колонне создается в течение 5 мин. Уже через 5 мин. термометр, установленный на крышке куба в паровом пространстве тарелки Эккерта, показывает 85°; дальше температура непрерывно повышается до 95°. Но когда выкачивают последние порции навалки, температура понижается до 83°. На производство навалки при посредстве распылителя требуется всего 50 мин. Уже через 5—10 мин. после начала подачи спирта в куб около фонаря чувствуется сильный запах уксусного альдегида. Через 50 мин. после начала перекачки навалки спирт пускают в фонарь. Из фонаря выходит желто-зеленого цвета жидкость, которая скоро становится бесцветной. III начальный сорт отбирают с выбрасыванием и задержкой спирта в колонне. В течение часа отбирают 35,8 дкл спирта, или 3,37% от навалки куба. Затем в течение 50 мин. отбирают 29,1 дкл II начального сорта, или 2,75% от навалки куба. После этого отбирают I сорт в течение 15 час.; за это время отбирают 946,6 дкл спирта, или 89,3% от навалки куба. При этом в кубе остается часть I сорта, так как сгонку прекращают на I сорте, когда было отогнано 95,4% от навалки. Тотчас же по прекращении отбора I сорта прекращают впуск пара в змеевики для того, чтобы жидкость, находящаяся на тарелках, стекла в куб, на что требуется всего 5—8 мин. После этого начинают новое наполнение куба. Наполнение ведется точно так же, как и первый раз, но навалка берется только в количестве 927 дкл спирта. Навалку производят в течение 47 мин. и ведут так же, как при первом наполнении.

Быстрое выделение головных примесей является результатом значительного уплотнения работы: одновременно производится загрузка куба, быстрый нагрев навалки и задержка спирта в колонне. На все эти операции затрачивается только 50—60 мин., тогда как ранее на них тратилось минимум 3 часа. Самый отбор начальных головных примесей протекает в наиболее благоприятных условиях. Они выделяются из капелек распыленного спирта, а не из всей навалки, слоем в 2,5—3,5 м. Однако для хорошего распыления нужны предварительный нагрев (хотя бы до 35°) и соответственный напор спирта. При несоблюдении этих условий эффекта не получится.

В условиях того же спиртового завода способом распыле-

ния навалки и повышением давления в колонне удается получить в сутки 1100 *дкл* спирта, тогда как производительность ректификационного аппарата Савалля, установленного на заводе, согласно формуле спиртовой конференции 1936 г. определяется всего в 770 *дкл* спирта в виде ректификата I сорта. Следовательно, производительность аппарата увеличилась на 45%. Из них 28% — за счет распыления и 17% — за счет повышения давления в колонне.

Отбор сивушного масла с нижних тарелок колонны. Уже в 1912 г. появилось несколько аппаратов периодического действия типа Савалля в исполнении фирм: Ф. Пампе в Галле на Заале; Франц Круль в Ревеле; Гольцерн-Гримм в Гримме — с приспособлениями для отбора сивушного масла с нижних тарелок ректификационной колонны. Однако они не получили широкого распространения. При периодически действующем аппарате нельзя установить непрерывный отбор сивушного масла, потому что в течение большей части времени его работы спиртовые пары даже с нижних тарелок не содержат значительного количества сивушного масла, которое отделялось бы от спиртовой жидкости. Поэтому отбор сивушного масла приходится производить периодически — в те моменты, когда оно в значительном количестве выделяется в маслоотделителе.

Только при производстве сложных навалок и при практике спуска люттерной воды из куба во время работы аппарата выяснилось, что сивушное масло сильно влияет на равномерность хода аппарата и на крепость спирта в колонне. Освобождение куба и самых нижних тарелок колонны от спирта при наличии в кубе большого количества сивушного масла происходит значительно позже, чем при незначительном его содержании. Отсюда и стремление вывести сивушное масло из куба во время работы аппарата через нижние тарелки колонны.

Обычно сивушное масло отбирают в виде пара из парового пространства первой тарелки, затем над 6 и 11-й тарелками. Отвод спиртового пара делается через штуцеры и сальниковые краны в трубопровод спиртового пара, соединенный с холодильником для охлаждения сивушного масла. Охлажденная в нем сивушная жидкость направляется в маслоотделитель Барбе-Бормана (устройство его подробно описано ниже). При входе в маслоотделитель сивушная жидкость смешивается с водой; получается эмульсия, легко расслаивающаяся на чистое сивушное масло и слабую водно-спиртовую жидкость (15—25°), составляющую нижний слой. Эта жидкость автоматически отводится через сифонную U-образную трубку обратно в куб для дальнейшей переработки. Выделившееся сивушное масло собирается в верхней части маслоотделителя, откуда по мере накопления его спускают в соответствующий сборник.

Отбор сивушно-спиртового пара в холодильник производится за 3—4 часа до конца отбора I сорта, когда температура в кубе равна

90—94°. В это время сивушная жидкость, выходящая из фонаря холодильника, имеет крепость 70—65°; после смешения с водой крепость сивушной жидкости надо понизить вдвое, чтобы из входной трубки вытекала эмульсия сивушного масла.

Начинают отбирать сивушно-спиртовый пар с парового пространства первой тарелки колонны (считая от куба, снизу колонны). Когда сивушное масло с этой тарелки перестает выделяться в значительном количестве, что наступает при понижении крепости с 70 до 50°, открывают кран на 6-й тарелке. Но долго брать сивушное масло не удастся, так как краны 1 и 6-й тарелок расположены очень близко друг от друга, и пары, содержащие много сивушного масла, уже успевают подняться выше. Поэтому после закрытия крана 1-й тарелки сразу открывают также и кран 11-й тарелки. При двух одновременно открытых кранах (6-й и 11-й тарелок) удастся дольше получать сивушное масло. Как только крепость сивушной жидкости понизится до 40—35°, тотчас закрывают кран 6-й тарелки и оставляют открытым только кран 11-й тарелки. Он остается открытым до тех пор, пока не перестанет выделяться сивушное масло, что обычно наблюдается при крепости сивушной жидкости 30° по Траллесу, после чего и этот кран закрывают.

Спустя полчаса или час включают в работу маслоотделитель для того, чтобы убедиться в отсутствии спирта в парах, выходящих из куба. Для этого вновь открывают самый нижний кран 1-й тарелки, и пар из него идет в дополнительный холодильник. Затем в фонарь этого холодильника вставляют спиртомер-волчок с делениями от 0 до 10° или, еще лучше, от 0 до 5°. Перед концом отбора I сорта в фонаре дополнительного холодильника получают воду, не содержащую спирта. После этого можно выпускать воду из куба, несмотря на то, что в сортировочном фонаре в это время заканчивается отбор I сорта.

Спустив воду из куба, прекращают отбор I сорта пуском обильного количества воды в дефлегматор. Поступление спирта в сортировочный фонарь прекращается; тогда приступают к следующему наполнению куба для продолжения сложной навалки.

Процесс отбора сивушного масла легче всего удастся во время сгонки третьей навалки и хуже всего при первой навалке, когда содержание сивушного масла в парах куба сравнительно мало. Во время первой навалки удавалось отбирать 10—20% от всего содержащегося в кубе сивушного масла, тогда как при третьей навалке процент отбора бывает значительно выше, достигая 60—70. Остальные 30% сивушного масла остаются в кубе.

Поэтому при следующей сгонке в конце отбора I сорта сивушное масло опять будет отбираться лучше, чем после первой навалки. Отбирать сивушное масло следует ежедневно перед концом отбора I сорта (за 3 часа примерно), руководствуясь при этом температурой в кубе (90—94°). Спускать воду из куба, если это удаст-

ся сделать, надо в самом конце отбора I сорта, через одну навалку. Такой спуск воды из куба возможен преимущественно при небольшой емкости куба и относительно большом диаметре ректификационной колонны, причем на производство полной сгонки требуется меньше суток. В этом случае уже за час до конца отбора I сорта в кубе не остается спирта, так как емкость тарелок нередко составляет больше 10% емкости куба, и весь спирт, следовательно, находится на тарелках.

Таким образом получается многосложная навалка, так как отгон концевых сортов благодаря промежуточному отбору сивушного масла не производится в течение 15 или даже 30 сгонок, после чего, возможно, потребуется отогнать из аппарата весь спирт. Отгон концевых сортов ведется так же, как при трехсложных навалках. Несмотря на то, что во время предыдущих сгонок производился промежуточный отбор сивушного масла через маслоотделитель, часть его после прохода концевых сортов все же остается в кубе. При крепости спирта в сортировочном фонаре 80—70° в нем появятся остатки сивушного масла, не извлеченные маслоотделителем при предыдущих сгонках. Дальше сгонку заканчивают обычным способом.

Химическая очистка спирта непосредственно в ректификационной колонне. В 1936 г. ректификатор Бийского спиртового завода предложил производить химическую очистку спирта одним только едким натром, вводя его непосредственно на верхнюю тарелку ректификационной колонны. Сотрудники Всесоюзного научно-исследовательского института спиртовой промышленности одновременно разработали аналогичный способ очистки спирта, дающий возможность получить ректификованный спирт высшей очистки при однократной ректификации на периодически действующем аппарате типа Савалля.

Оба способа совершенно одинаковы и состоят в том, что на этаже дефлегматора устанавливают на подставке железный сосуд такой емкости, чтобы в нем поместился водно-спиртовой раствор едкого натра в количестве, необходимом для производства одной сгонки. Водно-спиртовой раствор едкого натра вводится в верхнюю часть колонны каплями (120—180 капель в минуту) с тем, чтобы в течение часа сошло не больше 1,5 л раствора при колонне производительностью 75 дкл I сорта; при производительности до 100 дкл — не больше 2,25 л/час, при производительности до 150 дкл — не больше 3 л/час, а свыше 150 дкл — не свыше 4,5 л/час. Водно-спиртовой раствор едкого натра вводят с начала действия аппарата и до конца отбора I сорта во время каждой сгонки. Поэтому его готовят в количестве, обеспечивающем всю сгонку навалки.

Едкого натра расходуют обычно от 175 до 200 г на 100 дкл спирта-сырца (в пересчете на безводный), в зависимости от его качества и от получаемого эффекта. Если качество полученного после

такой очистки спирта окажется невысоким и проба Ланга малопродуктивной (10—15 мин.), то количество едкого натра увеличивают.

Как известно, едкий натр сильно действует на олово, свинец, медь, бронзу. Водно-спиртовой раствор едкого натра хранят в железном сосуде, пользуются чугунными кранами или щелочноупорной водоуказательной арматурой, впускают его по железной трубе, а не по медной.

На крышке ректификационной колонны обычно имеется штуцер, через который при промывках и пропаривании колонны впускались вода или пар, но которыми в настоящее время не пользуются. Вот к этому-то штуцеру и присоединяют трубу, подводящую раствор едкого натра в колонну. Ввиду того что этот штуцер спаян третником или медным припоем и в крышку он впаян также третником, лучше всего вставить в него наконечник, представляющий собой железную трубку (меньшего диаметра, на 5—10 см длиннее штуцера) с отбортованным краем и прокладкой из клингерита или картона.

Труба, подводящая водно-спиртовой раствор едкого натра в колонну, снабжается гидравлическим затвором такой же глубины, как и погонная (из дефлегматора в ректификационную колонну). Вторым концом — открытым — подводящая водно-спиртовой раствор едкого натра труба поднимается кверху и заканчивается на 0,6—0,8 м выше штуцера для отвода погона из дефлегматора. На этот конец навинчивается железная воронка (припаивать ее не следует, так как через несколько дней она может отвалиться). Между воронкой и концом трубки из сборника едкого натра должно быть расстояние в 15—20 см, для того чтобы легче было подсчитывать капли едкого натра при пуске раствора.

Когда на крышке колонны нет штуцера, трубу, подводящую водно-спиртовой раствор едкого натра, присоединяют к погонной трубе в самой нижней точке гидравлического затвора. В этом случае труба, подводящая водно-спиртовой раствор едкого натра, может и не иметь своего гидравлического затвора.

Раствор едкого натра спускается по сифонной трубке, заканчивающейся резиновым шлангом и наконечником. На резиновом шланге находится винтовой зажим для регулирования поступающих в воронку капель водно-спиртового раствора едкого натра. Пользоваться для спуска капель водно-спиртового раствора едкого натра краником, установленным вблизи дна сосуда, нельзя, так как краник часто засоряется. Труба, подводящая водно-спиртовой раствор едкого натра в колонну, должна быть наполнена им до начала работы аппарата, равно как и гидравлический затвор. Иначе в начале работы аппарата через открытый конец ее будет выходить спиртовой пар.

При работе по описанному способу качество ректификата значительно улучшается, а отбор I сорта увеличивается примерно на

1,5—2%; причем надобность в предварительной химической очистке совершенно отпадает.

Во избежание засорения тарелок колонны осадками железных солей и углекислой соды необходимо пользоваться только совершенно прозрачным водно-спиртовым раствором едкого натра (каустической соды).

Этот раствор готовят следующим образом. Отвешенное количество едкого натра растворяют в ведре из расчета 1 кг на 2 л воды. После полного растворения едкого натра к этому водному раствору добавляют крепкий спирт-ректификат. На 1 л водного раствора едкого натра добавляют 3 л крепкого ректификованного спирта.

Для приготовления прозрачного, свободного от осадков раствора едкого натра можно воспользоваться железной бочкой, вертикально стоящей, снабженной мешалкой и наметкой. В нижнем днище, в самой середине его, устанавливают кран для спуска отстоявшихся на дне бочки грязи и осадков во время приготовления раствора. Второй кран устанавливают на боковой стенке бочки, приблизительно на 10 см выше дна. Из этого крана идет совершенно прозрачный и без осадков раствор едкого натра. В верхнем дне бочки имеется отверстие для впуска спирта в раствор едкого натра. Водный раствор едкого натра выливают в бочку и туда же выливают ректификованный спирт. Затем все тщательно перемешивают и оставляют в спокойном состоянии. Уже через 6 час. получается прозрачный раствор едкого натра. Его наливают в железный сосуд, питающий ректификационную колонну. Вместо растворения в ведре едкий натр можно растворять и в бочке, но в этом случае труднее следить за полным растворением.

При изготовлении раствора едкого натра необходимо соблюдать следующие меры предосторожности: надевать предохранительные очки, резиновые рукавицы и резиновый фартук, а самый процесс растворения производить вне здания ректификационного цеха. Во избежание потерь спирта от испарения при обработке раствора щелочи необходимо хорошо закупоривать посуду и устраивать отвод спиртовых паров в спиртоловушку.

Количество едкого натра лучше всего брать на основании письменных указаний лаборатории в зависимости от качества спирта-сырца.

Для того чтобы получить спирт высшей очистки при однократной ректификации, надо производить сгонку значительно медленнее, чем при ректификации спирта стандартного качества. В этом случае после того как аппарат нагрелся до дефлегматора и спирт должен войти в фонарь, обильным впуском воды в дефлегматор задерживают спирт в колонне в течение часа. Затем его начинают медленно выпускать; в то же время на верхнюю тарелку колонны вводят в установленном количестве водно-спиртовой раствор едкого натра.

Перед началом ректификации для получения спирта высшей очистки при последней сгонке сложной навалки не следует спускать концевые сорта в куб за 5—6 час. до конца отбора I сорта, так как они ухудшают качество спирта высшей очистки.

Таким образом комбинация всех изложенных выше новых способов ведения отдельных процессов ректификации дала новый способ ректификации, отвечающий современным стахановским методам работы.

8. Единый метод ректификации

Усовершенствованные способы ректификации улучшали отдельные моменты работы аппаратов. Применение всех этих методов в совокупности дает единый метод ректификации на периодически действующих аппаратах.

Для работы по единому методу ректификации ректификационный аппарат снабжается дополнительным оборудованием: паровым элеватором для производства навалок; сборником водноспиртового раствора едкого натра с приспособлением для ввода его в паровое пространство верхней тарелки и, наконец, устройством для отбора сивушного масла перед концом отбора I сорта. После установки этих приспособлений ректификационный аппарат имеет вид, показанный на рис. 21.

Работа по единому методу ректификации приближает периодически действующий аппарат к непрерывно действующему аппарату вследствие того, что производство новых навалок происходит после отбора I сорта без отгона концевых сортов и сивушного масла, на что затрачивались время и топливо. Сивушное масло отбирается одновременно с I сортом, и концентрация головных примесей происходит во время производства навалки. Все это значительно сокращает расход топлива и увеличивает производительность аппарата.

Самый процесс ректификации по инструкции, разработанной Техническим отделом Главликерводки, производится следующим образом.

Производство навалок. Все количество спирта-сырца и начальных II сортов, необходимых для навалки, предварительно перекачивают в напорный сортировочный бак.

Напорный сортировочный бак должен быть соединен посредством парового элеватора (паровой эжектор) с распылителем Савинова, укрепленным в кубе аппарата.

Производство навалок по способу Савинова применяют при наличии в колонне ситовых тарелок.

При отсутствии давления в ректификационной колонне впускают пар через барботер в куб и одновременно из напорного сортировочного бака посредством парового элеватора перекачивают в куб спирт-сырец, смешанный со II сор-

том, с такой скоростью, чтобы навалка производилась не более 50 мин.

Спустя 5 мин. после начала подачи спирта в куб, в колонне должно образоваться давление не менее 2 м вод. ст. В это же время в дефлегматор пускают воду в необходимом количестве и задерживают спирт в колонне на все время производства навалки.

После того как спирт покрывает поверхность змеевиков, начинают через них впускать пар. Барботер выключают по наполнении спиртом половины емкости куба.

По окончании навалки начинают отбор третьих сортов.

При наличии давления в ректификационной колонне после спуска из куба воды и прекращения отбора I сорта путем задержки спирта в колонне и обильного пуска воды в дефлегматор, выключают давление в колонне на 5 мин. для того, чтобы весь спирт с тарелок спустился в куб. По истечении 5 мин. пускают пар через барботер, а паровым элеватором через распылитель Савинова начинают перекачивать спирт в куб.

В дальнейшем работу по производству навалки и началу отбора III сорта производят, как и при отсутствии давления.

При наличии в колонне аппарата колпачных или тоннельных тарелок навалку производят на 10-ю тарелку при помощи парового эжектора при сильном подогреве спирта. Продолжительность навалки не должна превышать 2 час.

Во время навалки на 10-ю тарелку через барботер впускают острый пар. При этом в течение первого часа навалки задерживают спирт в колонне, а затем приступают к отбору начальных сортов со скоростью в три-шесть раз меньшей, чем средняя скорость отбора I сорта. Впуск пара через барботер прекращают после того, как змеевики покроются спиртом.

Порядок спуска водно-спиртового раствора едкого натра в колонну и отбор третьих сортов. Водно-спиртовой раствор едкого натра подают в колонну, начиная с момента выхода спирта в фонарь, и заканчивают с прекращением отбора I сорта. Раствор подают в колонну со скоростью не больше 1,5 л/час, при производительности колонны 75 дкл I сорта в час; при производительности до 100 дкл — не больше 2,25 л; при производительности до 150 дкл — не больше 3 л, а свыше 160 дкл — не свыше 4,5 л/час. Начальные третьи сорта отбираются со средней скоростью 0,9 скорости отбора I сорта. Перевод с III сорта на II производят по результатам пробы с серной кислотой на холоду.

Отбор II сортов. II начальные сорта отбирают со средней скоростью 0,6 от скорости отбора I сорта. Перевод с II сорта на I производят по пробе Молера. Окраску пробы сравнивают с окраской типового раствора, содержащего 0,003—0,004% альдегидов.

В середине отбора II начального сорта промывка нижнего сосуда парового регулятора обязательна.

Отбор I сорта. В течение первого часа отбор I сорта производится со скоростью, равной 0,9 средней скорости отбора I сорта. Отбор первой трети I сорта ведут с максимальной скоростью при крепости 95,3°.

После отбора $\frac{1}{3}$ всего количества I сорта при крепости 95,3° начинают повышать крепость до 95,6° путем снижения скорости сгонки I сорта. При крепости 95,6° отбирают вторую треть I сорта.

Остальное количество I сорта отбирают при такой скорости сгонки, чтобы в конце отбора I сорта крепость была не ниже 96,2°. Средняя крепость спирта при такой сгонке должна быть 95,5°.

Конец отбора I сорта для производства новой навалки устанавливают в каждом случае в отдельности, в зависимости от емкости куба и диаметра колонны. Для аппаратов с кубом небольшой емкости этот предел отбора колеблется от 88 до 92% от всей навалки, а для аппаратов с кубом большей емкости — от 92 до 95%.

Отбор сивушных масел. При наступлении в кубе температуры 92—94° во время отбора I сорта в паровом пространстве первой от куба тарелки отбирают через дополнительный холодильник спиртовой пар, крепость конденсата которого должна быть около 70°.

Проба, взятая из дополнительного фонаря, при разбавлении водой должна давать 10—15% сивушного масла по объему.

Полученную спиртовую жидкость из дополнительного холодильника направляют в маслоотделитель, при входе в который она смешивается в трубном смесителе с водой, и получается эмульсия.

Сивушное масло в маслоотделителе всплывает наверх и по мере накопления через трубку с краном отводится в сборник для сивушного масла. Нижний слой слабой водно-спиртовой, жидкости отводится сифонной трубкой в куб.

В тот момент, когда в маслоотделителе происходит бурное расслоение сивушного масла, переходят на отбор его из следующего крана. Сивушное масло отбирают, переходя от одного крана к другому. Когда в жидкости из верхнего крана, отобранной из трубного смесителя перед маслоотделителем, будет содержаться менее 10% сивушного масла, отбор прекращают.

Выпуск воды из куба во время отбора I сорта. По окончании отбора сивушного масла вновь открывают кран, отбирающий масло с 1-й тарелки, и проверяют при этом крепость спиртовой жидкости в дополнительном фонаре. При показаниях волчка в фонаре крепости в пределах от 0 до 2° при температуре 15°, указывающей, что в зоне 1-й тарелки не содержится спиртовых паров, приступают к спуску воды из куба, продолжая отбирать I сорт. Перед началом спуска воды из куба в него пускают пар через барботер, так как эмеевики вследствие отсутствия жидкости не образуют пара, и давление в колонне падает.

Производство следующих навалок. Следующие навалки при сивовых тарелках производятся в соответствии с указаниями, из-

люженными в описании производства навалок при наличии давления в ректификационной колонне, а при колпачных и тоннельных — через 10-ю тарелку сверху.

Отбор начальных сортов также производится в соответствии с указаниями, изложенными выше.

Начало и режим отбора I сорта такой же, как и при первой сгонке.

Конец отбора I сорта при сгонке с отбором концевых сортов устанавливают соответствующей пробой Комаровского (салициловый альдегид). При этом допускается слабое окрашивание пробы через 5 мин. после смешивания и взбалтывания ее с салициловым альдегидом и крепкой серной кислотой.

II и III концевые сорта отбираются с максимальной скоростью. Необходимо учитывать, что в сортировочном фонаре во время отбора III концевых сортов отбирают также и остатки сивушного масла, находящегося в колонне.

Сгонку можно считать законченной при показаниях крепости жидкости в фонаре в 3°.

При отборе II и III концевых сортов спуск воды из куба производят на ходу аппарата, учитывая, что все количество спирта II и III сортов находится в колонне, и что при отсутствии спирта в конденсате с I-й тарелки (по показаниям спиртомера дополнительного фонаря) в жидкости куба не содержится спирта.

Рекомендуемые методы производства навалок, режимы сгонок и отбора во время хода I сорта, сивушных масел и выпуск отработанной воды из куба во время работы аппарата имеют целью увеличить мощность существующих ректификационных аппаратов по крайней мере на 35 %. Качество спирта-ректификата в этих условиях должно быть строго стандартным, в соответствии с действующим ОСТ 278 НКПП.

ГЛАВА IV

КОНТРОЛЬ РАБОТЫ ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩИХ АППАРАТОВ

I. УЧЕТ РАБОТЫ АППАРАТА

Управление ректификационным аппаратом обычно поручается работнику, называемому в спиртовой промышленности аппаратчиком. На его обязанности лежит строгое выполнение отбора сортов в соответствии с расписанием, точное соблюдение и ежедневное фиксирование скоростей отбора, своевременный перевод с одного сорта на другой, производство предварительной химической очистки спирта, определение крепости во время сгонки, наблюдение за паром и водой. Все эти данные фиксируются записями, вносимыми в график работ по ректификации, являющимися основным документом для составления отчетов о работе ректификационного цеха. Ректификатор устанавливает количество спирта, которое должно быть переработано во время предстоящей сгонки, и составляет расписание, или график предстоящих работ, а аппаратчик, выполняющий эти работы, должен делать записи о фактическом их выполнении. График должен содержать указания о составе навалки, т. е. о количестве и сорте спирта для данной навалки.

При составлении навалки следует иметь в виду, что она не должна быть перегружена II и III начальными сортами, равно и концевыми сортами. Лучше всего каждый раз составлять навалку так, чтобы в нее входил полностью II начальный сорт от предыдущей сгонки; если III начальные сорта подвергаются последующей переработке, то и их берут целиком от предыдущей сгонки. Концевые сорта также не следует накапливать; их надо перерабатывать уже при следующей сложной навалке. При таком составлении навалок, если спирт-сырец поступает одного качества, значительно облегчается работа по сортировке ректификата. Качество и количество сортов при каждой сгонке будут одинаковыми, причем при последующих сгонках перевод с сорта на сорт значительно облегчается, проб при переводе приходится делать меньше, а ректификат I сорта получается лучшего качества. При поступлении спирта-сырца с другого завода или базы или смешанного нужно особенно тщательно следить за переводом с сорта на сорт и не ухудшать II начального сорта, а, наоборот, стараться его улучшить путем увеличения отбора III начального сорта. При производстве

сложных навалок, когда сгонку прекращают на I сорте, в промежуточные навалки необходимо присчитывать спирт, остающийся в аппарате (в колонне и кубе). Навалку вычисляют в декалитрах спирта, а для отбора сортов в расписании указывают количество декалитров водного спирта, причем учитывают его среднюю крепость.

В навалку надо брать столько спирта-сырца, чтобы она без остатка помещалась в кубе и колонне, и чтобы ничего не оставалось ни в напорных чанах, ни в сортировке. При такой постановке спиртового хозяйства легче всего контролировать работу ректификационного цеха и следить за потерями спирта при ректификации. Если спирт подвергается предварительной химической очистке, то в графике указывают количество потребных реактивов, а также количество и скорость отбора разных сортов ректификата. За часовой производительностью ректификационной колонны наблюдают по счетчикам контрольных приборов, если они имеются в ректификационном цехе. Третьи и вторые начальные сорта в этом случае проходят через контрольные приборы бр. Сименс, учитывающие крепость и объем проходящего спирта. Производительность контрольного прибора бр. Сименс ограничена 34 *дкл/час*. При отборе в час более 34 *дкл* ставят несколько параллельно работающих приборов.

Концевые сорта во избежание потерь сивушного масла совершенно не направляют в контрольный прибор, иначе остающиеся в нем 1,5 *дкл* концевых сортов, содержащих 50% сивушного масла, при следующей сгонке попадут в III начальный сорт.

Ректифицированный спирт пропускают через пробоотбирающий контрольный прибор сист. Недошивина, неправильно называемой некоторыми ректификаторами сист. Штумпе. Прибор Недошивина учитывает объем поступающего в него спирта и в то же время специальной трубкой отбирает часть спирта для средней пробы на его крепость, определяемую при вскрытии прибора обычным металлическим спиртомером с 10 или 9 гирьками. Этот прибор отличается от контрольного прибора бр. Сименс отсутствием приборов для учета спирта по крепости, в связи с чем его часовая производительность достигает 80 *дкл*.

В тех ректификационных отделениях, где нет контрольных приборов, ежедневно измеряют емкость в спиртоприемниках и записывают ее в график. Проходящий через фонарь спирт подвергают определению на крепость. Для этого в стеклянный цилиндр сортировочного фонаря опускают стеклянный спиртомер-волчок и термометр. Однако их показания неточны, так как проходящая струя спирта поднимает спиртомер вверх, поэтому полученные показания крепости в график не записываются. Но так как при изменении крепости спирта в фонаре стеклянный спиртомер-волчок отметит новую крепость, то аппаратчик, согласно его показанию, примет меры.

Точную же крепость спирта, проходящего через фонарь, определяют металлическим спиртомером в отобранной из фонаря пробе. Такие определения делают один или два раза в час. При отсутствии стеклянного спиртомера в сортировочном фонаре крепость спирта приходится определять металлическим спиртомером три-четыре раза в течение 1 часа, в зависимости от равномерности хода струи спирта в фонаре. Следовательно, аппаратчик должен каждый час определять количество прошедшего через фонарь спирта, его крепость и полученные результаты заносить в график.

Переход с одного сорта на другой, как уже указывалось ранее, осуществляют по пробе, хотя в графике этот переход, согласно предыдущей работе, намечается на определенном проценте отбора каждого сорта. Пробу начинают брать заранее и при хорошем качестве отбираемого сорта делают перевод независимо от времени, указанного в графике.

При переходе с III начального на II начальный сорт берут пробу на серную кислоту (10 : 10) для анализа спирта без кипячения и через 15—20 мин. после смешения наблюдают окраску этой пробы. Если окраска желто-соломенного или лимонного цвета, то кран переводят на отбор II начального сорта. При переходе со II начального сорта на I сорт при дневном освещении делают пробу на серную кислоту для анализа спирта (10 : 10), но с кипячением (проба Савалля). При искусственном освещении лучше всего брать пробу на реактив Молера, чтобы содержание альдегидов в перыводной пробе было не больше 0,003%, а при выработке спирта высшей очистки при однократной ректификации — даже не больше 0,001%. Переход с I сорта на II конечной сорт производится по пробе с салициловым альдегидом по Комаровскому (см. гл. III).

При отборе всех сортов стремятся строго соблюдать график работы как по количеству отбираемого в час спирта, так и по крепости. Достигнуть этого можно только тогда, когда вода и пар будут иметь постоянное давление, при котором давление в аппарате будет также постоянным. При соблюдении этих условий скорость истечения спирта в фонаре не меняется самопроизвольно. Крайне важно иметь регулятор напора воды, а для поддержания равномерного давления в аппарате — исправно действующий паровой регулятор. Поступающий из котельной пар должен иметь нормальное рабочее давление. При низком давлении пара нарушается работа не только в ректификационном цехе, но и в котельной. Ректификационный аппарат может работать при низком давлении (0,2—0,25 ат). Играет роль температура пара, влияющая на передачу тепла змеевиками. Чем выше температура пара (а отсюда и давление), тем лучше передача тепла. Вот почему при малой поверхности нагрева змеевиков ректификационный аппарат требует пар повышенного давления и плохо работает при обычном его давлении в 2—3 ат. На этом основании в график включается графа для

отметки давления пара по часам в паровой магистрали ректификационного пеха.

Осуществлять контроль количества и качества ректификата значительно помогают показания термометров, установленных: один — в паровом пространстве куба, а второй — в погонной трубе. Следует применять дистанционные манометрические термометры, удобные тем, что их показания можно видеть, не подходя к точкам измерения температуры. Показания температуры отмечаются на циферблате термометра, устанавливаемого на щите около фонаря. Измерение температуры погона необходимо для быстрого отбора головных примесей, когда применяются задержки спирта в колонне и выбрасывания. Нормально погон поступает на верхнюю тарелку колонны температурой 70° . Во время задержки спирта в колонне температура погона падает до $20-25^{\circ}$, и все спиртовые пары конденсируются в дефлегматоре. В холодильник и фонарь спирт не поступает. Когда хотят прекратить задержку спирта в колонне и выпустить в фонарь альдегиды и эфиры, то убавляют выпуск воды в дефлегматор. Вследствие этого погон начинает возвращаться более теплым, — температура его будет равна $30-40^{\circ}$. Все же в это время еще ни в холодильник, ни в фонарь спирт поступать не будет.

Указать точно температуру, при которой в фонаре появятся альдегиды и эфиры, невозможно, так как это зависит от поверхности охлаждения дефлегматора, давления в нем и других побочных причин. Обычно при температуре $60-65^{\circ}$ в фонарь поступает слабая струя. Только температура 70° свидетельствует о том, что аппарат отрегулирован правильно. Изменения в подаче воды при неизменном давлении в аппарате безусловно отражаются как на количестве поступающего в сортировочный фонарь спирта, так и на температуре погона (в пределах $1-2^{\circ}$). Наличие дистанционного манометрического термометра в погонной трубе значительно облегчает труд аппаратчика.

Установка термометра в паровом пространстве куба вызывается необходимостью знать температуру в кубе во время последней четверти отбора I сорта, когда производится промежуточный отбор сивушного масла с нижних тарелок ректификационной колонны. Температура в паровом пространстве куба, при которой из спиртовых паров нижних тарелок хорошо выделяется сивушное масло в маслоотделителе, при каждой сгонке будет одинаковая, если в аппарате не изменилось давление. Установив наилучшую температуру в кубе, при которой сивушное масло быстро отделяется, во время последующих сгонок при этой температуре начинают уверенно отбирать спиртовые пары с нижних тарелок и без излишних задержек получают сивушное масло. Показания этого термометра при отсутствии спирта в жидкости куба строго соответствуют давлению в кубе. Если в жидкости куба имеется спирт, то температура в кубе будет на $1-2^{\circ}$ ниже температуры давления. Таким образом

установка термометров значительно облегчает труд аппаратчиков, сокращает потери спирта при ректификации и способствует повышению производительности аппарата.

Крайне важно точно отмечать в графике начало и конец каждой операции. Это может сэкономить время на подсобных операциях, продолжить отбор I сорта и тем самым повысить производительность аппарата. Разрыв между окончанием предыдущей навалки и началом следующей совершенно недопустим. Быстрота производства навалки, ее нагрева и перехода к отбору I сорта — все это содействует увеличению производительности аппарата.

Коэффициент полезного действия аппарата определяется путем сравнения продолжительности отбора I сорта ректификата с общей продолжительностью процесса ректификации по сгонке данной навалки. Показатель времени отбора I сорта делят на показатель времени всей работы по сгонке данной навалки. Для того чтобы коэффициент был выражен в процентах, полученное частное умножают на 100. Чтобы определить коэффициент обычной сгонки, достаточно время отбора I сорта в часах умножить на 100 и полученное произведение разделить на время, прошедшее от начала одной навалки до начала следующей.

Для определения коэффициента полезного действия аппарата при многосложной навалке все показатели (в часах) отбора I сорта складывают. Полученную сумму умножают на 100 и произведение делят на показатель времени, затраченного на производство всей сложной навалки.

По постановлению спиртовой конференции 1936 г. при определении производительности аппарата считают, что I сорт отбирается в течение 15 час. в сутки, тогда как все работы по сгонке навалки продолжаются 24 часа.

Таким образом коэффициент полезного действия аппарата равен:

$$\eta = \frac{15 \cdot 100}{24} = 62,5.$$

Пример. При работе с трехсложной навалкой было израсходовано для каждого наполнения:

на сгонку	a — 26,583 часа,	на отбор I сорта — 19,67 часа
"	" б — 23,083	" " " " I " 17,42 "
"	" в — 24,82	" " " " I " 17,82 "

Всего на сгонку 74,5 часа, на отбор 1 сорта — 54,91 часа.

Таким образом коэффициент полезного действия в трехсложной навалке

$$\eta = \frac{(19,67 + 17,42 + 17,82) \cdot 100}{26,583 + 23,083 + 24,82} = 72,17.$$

Для перевода же коэффициента полезного действия аппарата на количество часов работы на I сорте в течение суток достаточно

коэффициент полезного действия помножить на число часов в сутки (24) и разделить на 100:

$$\circ \quad \frac{72,17 \cdot 24}{100} = 17,32 \text{ часа.}$$

Из приведенного примера мы видим, что при помощи коэффициента полезного действия легко контролировать работу аппарата.

Ректификатор должен ежедневно вычислять коэффициент полезного действия аппарата. Это будет показателем того, что работа каждого аппарата тщательно контролируется. При таком ежедневном наблюдении легко избежать неприятных неожиданностей (например в случае поступления в навалку спирта-сырца плохого качества).

Общее количество всего полученного безводного спирта определяют путем сложения количества всех сортов в переводе на безводный спирт. Это количество будет меньше, чем было в навалке. Разница, получаемая при этом, и есть потери при ректификации. Однако абсолютно точный учет потерь возможен при наличии идеально измеренных спиртоприемников и отсутствии каких бы то ни было остатков в напорном чане и в спиртоприемниках.

Количество каждого сорта ректификата вычисляют в процентах ко всему взятому в навалку спирту. При многосложных навалках такое вычисление процентов отбора каждого сорта производят как для сгонки каждой навалки, так и для всей суммы сгонок отдельных навалок, составляющих многосложную навалку. При таком способе потери на аппарате устанавливаются более точно, чем при ежедневных определениях. При промежуточных наполнениях многосложной навалки потери не удается вычислить, так как остаток спирта в аппарате не поддается учету, пока не закончено получение спирта сложной навалки. Остаток спирта в аппарате вместе с потерями во время сгонки равен разности от вычитания из навалки суммы отобранных сортов спирта.

Пример. Работая обычными трехсложными навалками, в первую из них взяли спирта-сырца 1294,2 *дкл* и II начального сорта 41,4 *дкл*. Вся навалка составляла 1335,6 *дкл* спирта. Получено же было во время сгонки: 6,5 *дкл* эфиров, 33,3 *дкл* III начального сорта, 41,3 *дкл* II начального сорта и 1146,6 *дкл* I сорта; всего было получено во время первой сгонки 1227,7 *дкл* спирта. Следовательно, потери при сгонке и остаток спирта в аппарате равны:

$$1335,6 - 1227,7 = 107,9 \text{ дкл.}$$

Для выяснения в процентах отбора сортов ректификата полученное количество данного сорта ректификата умножают на 100 и произведение делят на количество навалки. Таким образом получают:

$$\text{эфиров: } \frac{6,5 \cdot 100}{1335,6} = 0,49\%;$$

$$\text{III начального сорта: } \frac{33,3 \cdot 100}{1335,6} = 2,48\%;$$

$$\text{II начального сорта: } \frac{41,3 \cdot 100}{1335,6} = 3,08\%;$$

$$\text{I сорта ректификата: } \frac{1146,6 \cdot 100}{1335,6} = 85,9\%;$$

$$\text{потери и остаток в аппарате: } \frac{107,9 \cdot 100}{1335,6} = 8,05\%.$$

Вторая навалка складывается из остатка в кубе после первой сгонки, II начального сорта от первой сгонки и спирта-сырца (остальное количество). Таким образом вторая навалка состоит из:

остатка в аппарате 107,9 *дкл*; II начального сорта 41,3 *дкл* и 1024 *дкл* спирта-сырца, итого 1173,2 *дкл*. Во время второй сгонки, получается: 6,5 *дкл* (0,6%) эфиров; 26,6 *дкл* (2,27%) III начального сорта; 32,0 *дкл* (2,74%) II начального сорта и 1006,4 *дкл* (85,4%) I сорта.

Итого отобрано 1071,5 *дкл*.

Следовательно, в аппарате после второй сгонки остается:

$$1173,2 - 1071,5 \text{ дкл} = 101,7 \text{ дкл (8,7\%).}$$

Третья навалка состоит из остатка в аппарате после второй сгонки, поступающего в переработку II начального сорта второй сгонки (32,0 *дкл*), и спирта-сырца, причем в третью навалку его берут еще меньше — всего 968,8 *дкл*. Таким образом, в третьей навалке имеется 1102,5 *дкл* спирта.

После третьей сгонки, когда заканчивается сложная навалка, в аппарате больше не остается спирта, и сгонка производится до конца. При этой сгонке получают:

6,0 *дкл* (0,55%) эфиров; 25,0 *дкл* (2,26%) III начального сорта; 31,2 *дкл* (2,8%) II начального сорта; 984,3 *дкл* (89,4%) I сорта; 40,8 *дкл* (3,7%) II + III концевых сортов; 7,2 *дкл* (0,6%) свиного жира и 8,0 *дкл* (0,7%) потерь.

Итого получается 1102,5 *дкл*.

При вычислении процентного отбора сортов сложной навалки приходится первоначально вычислять всю сложную навалку, т. е. количество введенного спирта-сырца и величину сортов ректификата, не учитывая при этом спирта, который остается в аппарате после первой и второй сгонок.

В данном случае сложная навалка содержит:

$$(1294,2 + 1024,0 + 968,8) + (41,4 + 41,3 + 32,0) = 3401,7 \text{ дкл.}$$

Количество же ректификата и всех сортов, получающихся при сложной навалке, равняется сумме количеств ректификата и сортов каждой единичной сгонки.

В данном примере получают:

эфиров	(6,5 + 6,5 + 6,0) = 19	дкл (0,56%)
III начального сорта . .	(33,3 + 26,6 + 25,0) = 84,9	" (2,5 %)
II начального сорта . .	(41,3 + 32,0 + 31,2) = 3,07	" (3,07%)
I сорта	(1146,6 + 1006,4 + 984,3) = 3137,3	" (92, 2%)
II + III концевых сортов	40,8	" (1,2 %)
свиного жира	7,2	" (0,23%)
потерь	8,0	" (0,24%)

Процентное вычисление отобранных сортов ректификата каждой отдельной сгонки дает только ориентировочные цифры, необходимые для составления графиков каждой отдельной навалки. Определение же процента отбора каждого сорта ректификата мно-

госложной навалки дает точные цифры, так как во время сложной навалки сгоняется весь спирт без остатка. Поэтому процент отбора I сорта за всю сложную навалку составил 92,2, тогда как при отдельных сгонках он составлял: при первой сгонке — 85,9, при второй — 85,4 и при третьей — 89,4. После каждой сгонки в аппарате остается спирт; по окончании же последней сгонки сложной навалки спирт отгоняется полностью. Этим и объясняется разница между величиной отбора I сорта при каждой сгонке и величиной среднего отбора I сорта за всю сложную навалку. По проценту отбора сортов ректификата сложной навалки можно судить о качестве работы аппарата и о правильности ведения процессов ректификации.

II. ПРИЧИНЫ И СПОСОБЫ УСТРАНЕНИЯ НЕНОРМАЛЬНОСТЕЙ В РАБОТЕ АППАРАТА

1. Залив сортировочного фонаря

Если из холодильника вытекает количество спирта, превышающее пропускную способность отводных кранов на фонаре, то спирт переполняет фонарь и вытекает на пол, что, помимо увеличения потерь, опасно и в пожарном отношении. Наиболее часто это случается вследствие пуска в дефлегматор слишком большого количества воды или, как говорят, чрезмерного захлаживания дефлегматора. При этом образуется слишком много охлажденного погона. Стекая в верхнюю часть колонны, погон в ней замедляет кипение, так как большая часть тепла, поступающего снизу колонны, расходуется в этом случае на его нагревание. Вследствие замедления кипения в верхней части колонны поступление спиртовых паров в дефлегматор прекращается, а вместе с этим замедляется (или даже прекращается) вытекание спирта из холодильника и образование новых количеств слишком охлажденного погона. Затем вследствие прекращения притока холодного погона, скопившегося ранее в колонне, он быстро приводится в кипящее состояние поступающим снизу паром и образует сразу большую массу спиртового пара. Пар с большой скоростью поступает в дефлегматор и, не будучи в состоянии весь сгущаться, проходит в большом количестве в холодильник. Здесь он сгущается и, вытекая, переполняет фонарь. Поступающие в холодильник в большом количестве спиртовые пары не успевают достаточно охладиться, и температура в фонаре быстро повышается.

По мнению некоторых конструкторов и ректификаторов залив сортировочного фонаря объясняется быстрым увеличением давления внутри аппарата и слишком энергичным сгущением спиртовых паров в дефлегматоре. Энергичное сгущение спиртовых паров является следствием сильного расхолаживания дефлегматора, в результате чего давление спиртовых паров в нем понижается почти

на 500 мм вод. ст. Следовательно, на эту же величину должно увеличиться давление внутри куба и колонны, так как давление в паровом регуляторе должно остаться постоянным. Вследствие увеличения давления внутри колонны жидкость не может стекать по сливным трубкам из верхних тарелок на нижние. Энергичное сгущение спиртовых паров в дефлегматоре дает значительное количество погона, которое притекает в колонну. Таким образом вся верхняя часть колонны, а затем и погонная труба наполняются погоном. Так как путь в колонну закрыт, то образующийся в дефлегматоре погон стекает через спиртовую трубку в холодильник, а из него — в фонарь в таком изобилии, что вырывается из него наружу.

Оба приведенные объяснения правильны, в обоих случаях мгновенное вскипание вызывается резким уменьшением поступления воды в дефлегматор, в результате чего и наступает залив фонаря.

Залив сортировочного фонаря получается и в том случае, когда по недосмотру водяной насос не приведен своевременно в действие и водяной резервуар окажется опорожненным. Тогда вследствие слабой работы дефлегматора в холодильник начнут поступать в большом количестве спиртовые пары, которые при сгущении и залиют фонарь.

Во избежание выбрасывания спирта из холодильника между последним и сортировочным фонарем полезно ставить кран. В тот момент, когда спирт начнет вытекать слишком обильно, кран нужно настолько закрыть, чтобы не получилось переполнения фонаря.

Залив фонаря спиртом легко избежать, тем более что это явление без причины и мгновенно никогда не наступает. О начале его можно судить по ряду признаков. Сначала уменьшается приток спирта в фонарь, и уровень его в последнем понижается. Затем в холодильник начинает втягиваться воздух через воздушник. Далее жидкость в фонаре начинает колебаться, и уже после этого происходит обильное истечение спирта. Если понижение уровня спирта в фонаре своевременно замечено и на некоторое время прекращен или замедлен приток воды в дефлегматор, а затем выпуск воды в дефлегматор отрегулирован, то залив фонаря спиртом легко предупредить. Если же причина залива кроется в недостаточном поступлении воды в дефлегматор, то следует немедленно прекратить выпуск пара в змеевики куба.

Залив фонаря часто наблюдается после задержки работы аппарата, когда чересчур сильно захлаживается дефлегматор, а поэтому сильно охлажден и возвращаемый в колонну погон. С пуском в работу аппарата вновь и при необходимости выпустить спирт в фонарь начинают убавлять поступление воды в дефлегматор. Некоторые малоопытные аппаратчики в этом случае для ускорения выхода спирта совершенно закрывают воду на дефлегматор, а затем забывают пустить ее нормально. Вследствие недостатка воды

и наступает залив фонаря. Для осуществления задержки спирта в колонне необходимо точно установить степень открытия крана на трубе, подающей воду в дефлегматор, чтобы выходящий из дефлегматора погон был установленной температуры. Достаточно уменьшить приток воды в дефлегматор, чтобы в фонаре появилась требующаяся струя спирта, что определяется показаниями установленного в погонной трубе дистанционного термометра. Во время задержки спирта в колонне температура возвращаемого в колонну погона должна быть равна 40°. После выпуска спирта в фонарь температура погона поднимается до 65°, а при увеличении отбора спирта — до 72°.

2. Переполнение тарелок ректификационной колонны

Ректификационные аппараты, снабженные дефлегматорами с увеличенной охлаждающей поверхностью, не могут работать с повышенным давлением. Достаточно поднять давление в таком аппарате до 2,5 м вод. ст. и при этом давлении задержать спирт в колонне или вести отбор III начального сорта, как на верхних тарелках начнет накапливаться масса погона. Если для впуска воздуха поднять рычаг автоматического клапана, установленного на крышке колонны, то из него не пойдет спиртовый пар, а польется спирт.

Это явление происходит потому, что нижний конец какой-либо сливной трубки имеет слабый гидравлический затвор. Дефлегматор же с большой охлаждающей поверхностью возвращает в колонну много погона, который не успевает стекать по сливным трубкам в куб аппарата. Если гидравлический затвор сливной трубки перестанет работать хотя бы на одной тарелке, то по этой сливной трубке начнет подниматься вверх спиртовый пар, а погон останется на вышерасположенных тарелках и может заполнить все пространство между ними.

Вследствие поступления погона в большом количестве колонна быстро наполняется им, и спиртовый пар не поступает из колонны в дефлегматор, а из него — в холодильник и сортировочный фонарь. Достаточно на 3—5 мин. прекратить выпуск пара в змеевики, чтобы давление в колонне упало до 1 м вод. ст., излишек спиртовой жидкости стек за это время в куб, и колонна начала работать нормально, без переполнения, хотя и при меньшем давлении. Понижают давление в паровом регуляторе обычно на 300—500 мм вод. ст., наблюдая при этом, чтобы поступающий на верхнюю тарелку погон был горячим.

Действие гидравлического затвора сливных труб нельзя усилить без капитального ремонта.

Гидравлический затвор действует слабо потому, что нижний конец сливной трубы не входит в сливную чашку, а иногда даже не доходит на 10 мм до тарелки. Поэтому впредь до капитального ремонта приходится работать с пониженным давлением и, следовательно, с пониженной производительностью.

3. Уменьшение струи спирта в сортировочном фонаре при падении давления в аппарате

Иногда наблюдается уменьшение струи спирта в сортировочном фонаре при одновременном падении давления в аппарате, несмотря на то, что поступление пара в змеевики куба не уменьшилось и давление обогревающего пара не изменилось. Это происходит тогда, когда конденсационный горшок вследствие засорения или порчи его слишком медленно отводит образующуюся в змеевике воду. В этом случае змеевик постепенно наполняется водой, приток пара к нему почти прекращается, и сила кипения быстро падает. Проверить действие конденсационного горшка очень легко — стоит только открыть пробный краник, находящийся в крышке конденсационного горшка. Если через краник станет выходить воздух (сейчас же после открытия), а затем пар, значит, конденсационный горшок действует правильно. Если же из краника брызнет горячая вода, это будет служить доказательством того, что конденсационный горшок засорен или поврежден.

В таком случае воду из змеевика с помощью трехходового крана следует отвести наружу, мимо конденсационного горшка или же через обводную линию (если она имеется), затем открыть конденсационный горшок, исследовать причину его неправильного действия и, устранив эту причину, снова соединить со змеевиком куба. Как только змеевик освободится от накопившейся в нем конденсационной воды, давление в аппарате постепенно станет нормальным, струя спирта увеличится, и аппарат начнет работать нормально. Крайне важно, чтобы выход конденсационной воды из змеевиков куба был устроен в самой нижней их точке и чтобы вода в конденсационный горшок поступала самотеком. Для этого конденсационный горшок должен стоять ниже днища куба (лучше всего на 0,5—0,75 м). Конденсационный горшок должен быть установлен строго горизонтально; тогда клапан, отводящий воду из горшка, будет прилегать к своему гнезду плотно, что устранил возможность прорывов несконденсировавшегося пара.

4. Самопроизвольное прекращение поступления спирта в сортировочный фонарь

Иногда в середине процесса стонки или несколько раньше спирт неожиданно перестает поступать в сортировочный фонарь, хотя пар в аппарат поступает и давление в нем нормальное, но достаточно прекратить впуск пара в аппарат на 5—10 мин. и затем снова пустить пар, как аппарат вновь начнет работать нормально. Это явление объясняется тем, что в каком-то месте спиртовая жидкость не сходит с верхней тарелки на нижерасположенные тарелки или с первой тарелки в куб. Накапливание спиртовой жидкости на тарелках продолжается до тех пор, пока внутри колонны не обра-

зуется столб, равный высоте водяного столба, соответствующего давлению в аппарате. Так например, если при давлении в аппарате в 2 м вод. ст. внутри колонны образуется столб спиртовой жидкости в 2,5 м, то в холодильник перестанут поступать спиртовые пары, а следовательно, и в фонаре не будет спирта.

Причиной такой задержки спиртовой жидкости на тарелках колонны служит опять-таки плохая работа гидравлического затвора (или сливной трубки) в большинстве случаев в нижней части колонны. Так как сливная трубка первой тарелки должна отводить жидкость в куб и кроме того образовывать гидравлический затвор во все время работы аппарата, то она не должна доходить до дна куба на 100—150 мм. Такую сливную трубку делают из 2 частей, соединяемых между собой при помощи фланца. Иногда ее снабжают гидравлическим коленом, обращенным вверх, из которого и вытекает погон в паровое пространство куба.

Причиной описанного выше явления часто оказывается неисправность этой первой сливной трубки: бортишка на нижнем куске трубы отрывается, сливная трубка становится короткой, и гидравлический затвор начинает действовать плохо, что сразу сильно отражается на работе колонны. Иногда отрывается не вся бортишка, а лишь часть ее, но сливная трубка, не будучи укреплена, начинает во время энергичной циркуляции спирта раскачиваться, в образующуюся щель поступает спиртовый пар, и сток погона с первой тарелки в куб нарушается.

В сливной трубке с гидравлическим коленом вверх оно иногда изнашивается: в нем образуются более или менее значительные отверстия, через которые во время работы не только стекает погон, но и прорывается пар. До тех пор пока находящаяся в кубе спиртовая жидкость закрывает образовавшиеся от коррозии отверстия, аппарат работает нормально, но затем, по мере обнажения этих отверстий, начинаются перебои в работе, и, наконец, вследствие образовавшегося внутри колонны слоя жидкости совершенно прекращается нормальная работа колонны.

Длина гидравлического затвора у сливной трубки при увеличении давления внутри аппарата может оказаться недостаточной, и он перестанет действовать. При осмотре куба необходимо обращать особое внимание на первую сливную трубку.

Причиной внезапного прекращения поступления спирта в фонарь может быть и неисправность сливной трубки любой тарелки, в результате чего погон не поступает с тарелки на тарелку.

Причиной скопления жидкости на тарелках может быть даже простая засоренность конца сливной трубки, например окалиной от труб, или ржавчиной, поступившей из межтрубного пространства дефлегматора. Надо иметь в виду, что кожух, а нередко трубные решетки (рорванды) и перегородки

изготовлены из железа, дающего (в особенности при перерывах в работе аппарата) ржавчину, уносимую вместе с погонном в колонну.

Наконец, сама тарелка колонны при сильной ее коррозии может служить причиной такого явления. Изношенная от времени продырявленная тарелка нарушает правильный сток погона сверху вниз. В итоге получается скопление погона и нарушение правильной работы аппарата.

5. Уменьшение крепости спирта

Неисправность тарелок колонны. В процессе работы аппарата (в течение не одного десятка лет) тарелки приходят в ветхость—отверстия в них значительно увеличиваются. Вследствии этого становится необходимым повышенное давление в колонне, в связи с чем усиливается переброс капелек жидкости с тарелки на тарелку, и повышение крепости спирта на каждой тарелке из-за этого уменьшается. Для сохранения прежней крепости спирта приходится пускать больше воды на дефлегматор. Возврат погона в колонну в этом случае увеличивается, т. е. увеличивается погонное число, и спирт получается требуемой крепости при меньшем числе исправно действующих тарелок, но производительность аппарата, разумеется, уменьшается.

Неправильное положение колонны. Крепость спирта может уменьшаться вследствие неправильного положения колонны аппарата, например при наклоне колонны в одну сторону из-за осадки фундамента под кубом, что случается при неглубоком его заложении в плохой почве. Наклон колонны в одну сторону нарушает строгую горизонтальность тарелок, вследствие чего слой жидкости на тарелках оказывается неравномерным, что сильно мешает повышению крепости спирта. Спиртовые пары, быстро проходя через тонкий слой жидкости на тарелке, укрепляются слабо, а в тех местах, где нет жидкости, крепость паров спирта не повышается совершенно. Вертикальность колонны целесообразно проверять не менее двух раз в год при помощи помещенных по трем (или лучше даже по четырем) сторонам колонны отвесов, прикрепленных к фланцу верхней крышки колонны и спускающихся до крышки куба. Всякое отклонение колонны от вертикальной линии сразу становится заметным по неодинаковым расстояниям фланцев царг колонны.

В случае обнаружения этого дефекта следует проверить также горизонтальность самой верхней тарелки. Для этого снимают верхнюю крышку, на тарелку кладут хорошо проверенную деревянную рейку и по ней передвигают в разные точки уровень, следя за тем, чтобы воздушный пузырек был по середине уровня. Отклонение воздушного пузырька от середины свидетельствует о нарушении строгой горизонтальности и об отклонении колонны от вертикального

положения. Рейку кладут внутрь колонны в середину тарелки для более точного определения уклона в ту или другую сторону; кладут ее дважды — сначала в одном положении, а затем в перпендикулярном к первому (крест-накрест). В случае обнаруженного нарушения строгой горизонтальности тарелки и вертикальности колонны надо разобрать всю колонну по царгам.

Горловину куба, с которой свинчивают первую (нижнюю) царгу колонны, проверяют уровнем при помощи рейки на строгую горизонтальность. Первой царги не ставят до тех пор, пока не добьются строгой горизонтальности горловины. Затем по мере соединения царг болтами верхнюю тарелку каждой царги проверяют уровнем на горизонтальность, а стенки царг также при помощи рейки — уровнем на вертикальность.

Течь в дефлегматоре или холодильнике. При работе на старых аппаратах нередко наблюдается уменьшение крепости спирта из-за течи в дефлегматоре или холодильнике. Чаще всего крепость спирта уменьшается вследствие течи в трубах холодильника. В межтрубном пространстве холодильника давление атмосферное, а в трубках, по которым циркулирует вода, давление выше атмосферного, оно равно разности (от 3 до 5 м вод. ст.) между высотой регулятора напора воды и высотой трубы, отводящей воду из холодильника. Вследствие разности давления вода через мельчайшие отверстия в трубках, образовавшиеся из-за коррозии металла, устремляется в межтрубное пространство и разбавляет спирт. Такую течь холодильника легко обнаружить. При наличии течи в сортировочный фонарь поступает жидкость даже тогда, когда из холодильника не должен идти спирт (например во время задержки спирта в колонне). Исследование показывает, что эта жидкость является водой.

Течь в дефлегматоре обнаружить труднее, в особенности если она незначительна. Дефлегматор, как известно, работает при давлении выше атмосферного примерно на 400—700 мм вод. ст. Разность между высотой регулятора напора и высотой трубы, отводящей воду из дефлегматора, равна 1—1,5 м. Поэтому вода не всегда поступает в спирт. При высоком давлении в дефлегматоре возможен выход спиртовых паров в воду, а так как отверстия в трубках бывают иногда очень мелкими, то обнаружить присутствие спирта в воде, отходящей из дефлегматора, можно только путем ее перегонки и концентрации ее отгона.

Однако в дефлегматоре может происходить и разбавление спирта водой. Это бывает при низком давлении, во время задержки спирта в колонне, если в межтрубное пространство через образовавшиеся в трубках отверстия попадает вода. В этом случае крепость погона уменьшается. Попадающая в погон вода еще больше нарушает работу аппарата, так как содержит накипь, которая отлагается на тарелках колонны и тем самым уменьшает площадь их отверстий.

Нередко наблюдается течь в трубных решетках (рорвандах) —

как в местах вальцовки труб и их опайки в решетке, так и в местах соединения трубных решеток — их бортов с кожухом дефлегматора. Особенно часто это бывает при медных кожухах дефлегматоров и бронзовых трубных решетках с бортами, запаянными третником. Как только в отходящей воде будет найден спирт или замечена течь воды во время полной остановки аппарата, сейчас же надо снять дающий течь дефлегматор или холодильник и подвергнуть его гидравлическому испытанию теплой водой для обнаружения места течи. Обычно межтрубное пространство наполняют теплой водой до получения давления в 1—1,35 ат. Оно начинает быстро падать. Чтобы поддержать давление, подкачивают воду и в то же время осматривают концы труб и места припайки к кожуху трубных решеток. Течь в этом случае нетрудно обнаружить, так как при наличии в трубе повреждений из неё вытекает вода.

Найденные места течи ремонтируют и после этого вновь производят гидравлическое испытание, стремясь к тому, чтобы давление в межтрубном пространстве продержалось без подкачки воды на постоянном уровне хотя бы в течение 15 мин.

Отремонтированный холодильник или дефлегматор осторожно устанавливают на старое место, избегая сильных ударов, чтобы не получилась течь в другом месте.

6. Выбрасывание жидкости из верхнего резервуара парового регулятора

Выбрасывание жидкости из верхнего резервуара парового регулятора происходит вследствие значительно возросшего давления внутри ректификационного аппарата. Под этим давлением жидкость, находящаяся в нижнем резервуаре парового регулятора, устремляется в верхний его резервуар и, вытекая через отверстие в верхней крышке, выливается на пол. Если не принять мер, то вся вода может вылиться, и тогда пар, не имея водяного затвора, выйдет наружу.

Для прекращения ухода пара через верхний резервуар парового регулятора надо закрыть кран на трубе, передающей давление из куба в паровой регулятор. Для включения парового регулятора в работу, необходимо наполнить водой нижний его резервуар и постепенно пускать пар в змеевики. Выбрасывание жидкости часто происходит при неправильной установке парового регулятора, когда его резервуары поставлены негоризонтально, и стенки их не строго вертикальны. В этом случае рычажные передачи плохо действуют на регулирующий клапан, и последний плохо прикрывает свое гнездо. Поэтому пар продолжает поступать в змеевики куба, отчего и получают давление выше нормального и выбрасывание воды. Крайне важно чтобы поплавков был в строго вертикальном положении и легко поднимался и опускался. Еще чаще выбрасывание

жидкости происходит из-за отклонения поплавка от вертикального положения или сильного зажатия сальника, через который выходит из крышки резервуара стержень поплавка. Сильно зажатый сальник не дает поплавку подняться доверху, чтобы стержень его посредством рычажной передачи закрыл регулирующий клапан и прекратил поступление пара в змеевики.

Выбрасывание воды может произойти и в том случае, когда сальник зажмет стержень регулирующего вентиля, вследствие чего клапан не закроет своего гнезда. Необходимо чтобы жидкость, получившаяся от сконденсировавшегося пара, из нижнего резервуара возвращалась в куб. Накопление конденсата в нижнем резервуаре также ведет к тому, что его выбрасывает через верхний резервуар.

Для равномерного регулирования давления в аппарате правильнее всего отводную трубу для конденсата из парового регулятора отделить от трубы, передающей давление из парового пространства куба. В противном случае пар препятствует стеканию конденсата из нижнего резервуара, и образовавшийся в нем излишек повысившимся давлением аппарата передается в верхний резервуар, откуда и выбрасывается.

Иногда выбрасывание жидкости происходит и при исправном паровом регуляторе. Это бывает в случае внезапного прекращения поступления воды в дефлегматор, например, при отсутствии в напорном баке воды или засорении крана, регулирующего поступление воды в дефлегматор. Тогда в межтрубном пространстве дефлегматора повышается давление, из-за чего увеличивается давление в аппарате, что, как мы уже видели, ведет к выбрасыванию жидкости из парового регулятора. Достаточно охладить дефлегматор, чтобы выбрасывание жидкости из регулятора прекратилось, и аппарат начал работать нормально.

Для того чтобы паровой регулятор работал правильно, необходимо ежедневно менять воду в его резервуарах, так как во время работы регулятора вода насыщается парами спирта. Если воду не менять в течение продолжительного времени, то она постепенно в нижнем резервуаре превратится в спиртовую жидкость уд. веса примерно 0,81—0,82. Вследствие этого аппарат начнет работать на давлении, ниже нормального, т. е. не соответствующем давлению водяного столба с весом равным 1,0. Если паровой регулятор установлен на работу при 2 м вод. ст., то при наличии в нижнем резервуаре спиртовой жидкости уд. веса в 0,82 давление в паровом регуляторе будет равно:

$$2 \cdot 0,82 = 1,64 \text{ м вод. ст.}$$

В настоящее время при работе сложными навалками, когда аппарат редко остается без давления, целесообразно устраивать приспособление для замены воды, насыщенной спиртом, свежей водой. Процесс замены воды в паровом регуляторе можно объединить с процессом промывки парового регулятора от альдегидов и эфи-

ров, накопившихся в нем во время их отбора. Для этого следует несколько изменить устройство парового регулятора. Надо устроить отдельный отвод конденсата из нижнего резервуара парового регулятора, поместив его несколько ниже (на 2—5 см) трубы, передающей давление из куба. Отводить конденсат надо трубой диаметром 25—30 мм с гидравлическим затвором и обязательно в нижнюю часть куба (постоянно заполненную жидкостью). Около нижнего резервуара парового регулятора на этой трубе ставят кран, который открывается только после того, как паровой регулятор начнет оказывать полное давление. Промывку парового регулятора надо делать после выхода эфиров и в середине отбора II начального сорта, для чего необходимо следующее приспособление.

Вода вводится через верхнюю крышку верхнего резервуара парового регулятора (около наружной стенки резервуара), чтобы она не попадала на поплавки регулятора. Возле дефлегматора устанавливают небольшой чан емкостью на 6 дкл больше емкости парового регулятора. В этот чан набирают воду, отходящую из дефлегматора. От чана отходит труба диаметром 15—16 мм; она входит в паровой регулятор, как указано выше.

При промывке парового регулятора воду из чана пускают медленной струей с таким расчетом, чтобы она сошла полностью не ранее, чем в течение часа. Вода пройдет по центральной трубе регулятора до дна нижнего резервуара и вытеснит в куб по отводящей трубе верхний слой конденсата, наиболее загрязненный альдегидами и эфирами.

Таким образом воду можно менять на ходу аппарата, и незначительное накопление в ней спирта не будет отражаться на работе парового регулятора и аппарата.

НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИЕ РЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ

1. ПРИНЦИПЫ И СХЕМЫ УСТРОЙСТВА

Принципы устройства непрерывно действующих ректификационных аппаратов основаны на использовании свойств примесей спирта, в частности, на разности между коэффициентами испарения и ректификации спирта и его примесей. Отделение примесей от этилового спирта происходит тем энергичнее, чем больше разность их коэффициентов испарения. Большая разность коэффициентов испарения может получиться как при низкой, так и при очень высокой крепости кипящей жидкости. Оба эти момента учитываются при устройстве аппаратов. Так как коэффициент испарения этилового спирта при любой крепости жидкости всегда больше единицы, то в парах всегда содержится больше спирта, чем в кипящей жидкости. На этом свойстве и основана ректификация.

Проследим за движением и концентрацией примесей при прохождении их через ректификационную колонну, предполагая, что состав и крепость поступающих снизу колонны спиртовых паров остаются без изменения.

Муравьиноэтиловый, уксуснометиловый и уксусноэтиловый эфиры, обладая при любой крепости спирта значительно большим коэффициентом испарения, чем этиловый спирт, легко проходят сквозь всю ректификационную колонну. Содержание их в парах при прохождении с тарелки на тарелку постоянно увеличивается, хотя и не в одинаковой степени, в зависимости от величины коэффициентов испарения: при низкой крепости коэффициент испарения больше, чем при высокой. Наибольшей концентрации эти примеси достигают в дефлегматоре, поставленном над колонной.

Изомасляноэтиловый эфир, у которого при низких крепостях коэффициент испарения значительно больше, чем у этилового спирта, также легко проходит сквозь колонну и постепенно концентрируется в парах, если конечная крепость спирта вверху колонны не выше 93°; при большей крепости его коэффициент испарения делается меньше, чем у этилового спирта, и концентрация его начинает уменьшаться. Самой слабой она будет на тарелке, на которой крепость жидкости равна 90°; следовательно, выделить эту примесь ректификацией будет уже невозможно.

Изоамиловый спирт, у которого коэффициент испарения при низких крепостях также значительно больше, чем у этилового спирта, будет легко подниматься в колонне, и содержание его в парах будет увеличиваться; но это длится очень недолго, а именно только до тарелки, на которой крепость жидкости будет около 43°. Затем коэффициент его испарения начинает сильно уменьшаться, уменьшается и содержание его в спиртовых парах — тем сильнее, чем крепче жидкость на тарелках, т. е. чем выше она расположена в колонне. Если содержание изоамилового спирта в парах уменьшается, то наоборот, содержание его в стекающей с тарелок вниз жидкости увеличивается — и тем больше, чем ближе тарелка по крепости жидкости к ней к 43°. Следовательно, наибольшей концентрации изоамиловый спирт достигнет на тарелке именно с этой крепостью. Если искусственно не удалять его, то, заполнив эту тарелку и не имея возможности ни подняться вверх, ни спуститься вниз, он должен будет концентрироваться и на тарелках, лежащих в непосредственной близости к упомянутой.

Концентрация примеси в %

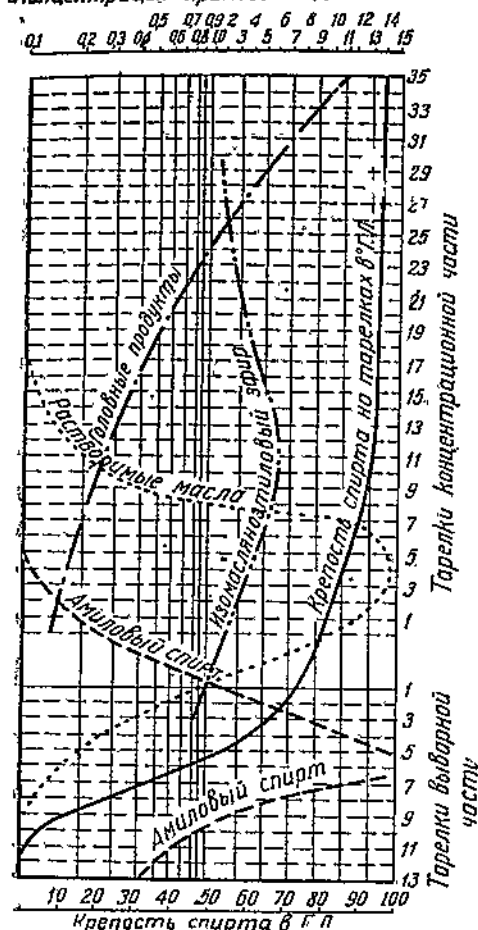


Рис. 22. Диаграмма работы непрерывно действующего ректификационного аппарата.

Изоамиловый — на тарелке с крепостью около 69° и изовалерианоизоамиловый — на тарелке с крепостью около 60°.

Распределение примесей в колонне иллюстрируется на рис. 22. Масла, отгоняемые к основанию колонны, скопляются на некоторых тарелках. Достаточно отобрать масла в этих точках, чтобы получаемый спирт не содержал даже следов их.

Концентрация примесей в определенных точках колонны позволила сконструировать аппарат, в котором извлечение примесей и получение готовой продукции происходит одновременно и непрерывно, вследствие чего такие аппараты и названы непрерывно действующими. Простейшим аппаратом является колонна для получения большой крепости спирта (рис. 23), снабженная выварными тарелками *а—а*, на которые поступает ректификуемый спирт-сырец,

Ректификуемая жидкость поступает на верхнюю тарелку в точке 1. Отработанная жидкость (погонная вода, люттерная) удаляется в точке 2. Верхняя часть колонны снабжена тарелками *б—б* для концентрации (укрепления) и ректификации спирта. Над колонной установлен конденсатор *в*. Спиртовый фонарь *е* имеет кран, при помощи которого можно регулировать количество притекающего спирта.

С верхних тарелок *б* колонны отбирают жидкость. Труба 5 принимает с одной из верхних тарелок так называемый пастеризованный спирт, который охлаждают в холодильнике *г* и собирают в фонаре *д*. Если мы получим, например, в фонаре *е* 5% от поступившего в аппарат общего количества спирта, а в фонаре *д* остальные 95%, то этот последний спирт, очевидно, будет частично освобожден от головных продуктов, более летучих, чем спирт, и потому устремляющихся в фонарь *е*. Но такой аппарат должен отделять и хвостовые продукты. Для этой цели при посредстве труб 7 и 8 производится отбор жидкости со средних тарелок колонны; этот отбор регулируется у фонарей *з* и *ж*. С другой стороны, в описываемом аппарате головные пары, проходя через кипящий (пастеризованный) спирт, отдадут ему некоторую часть

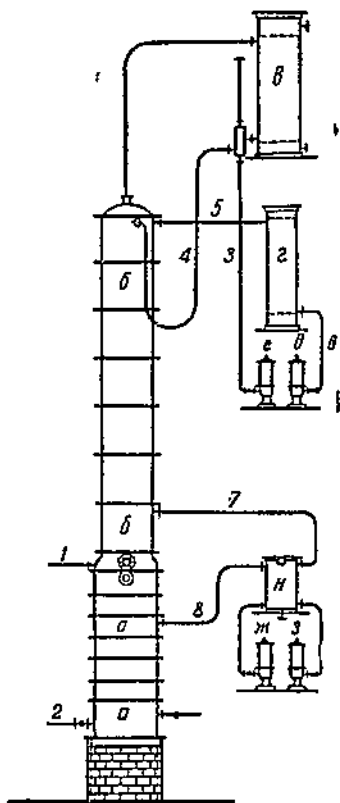


Рис. 23. Одноколонный непрерывно действующий ректификационный аппарат: *а—а* — выварные тарелки; *б—б* — концентрационные (укрепительные) тарелки; *в* — конденсатор; *г* — холодильник; *д* — фонарь ректификованного спирта; *е* — фонарь головных продуктов; *ж* — фонарь сивушного масла; *з* — фонарь растворимого сивушного масла; *н* — холодильник хвостовых примесей; 1 — место ввода спирта-сырца; 2 — место отвода люттерной воды; 3 — отвод головных продуктов; 4 — отвод погона в колонну; 5 — отбор ректификованного спирта в холодильник *г*; 6 — подвод охлажденного спирта в фонарь *д*; 7 — отбор растворимого сивушного масла в холодильник *н*; 8 — отбор сивушного масла в холодильник *н*.

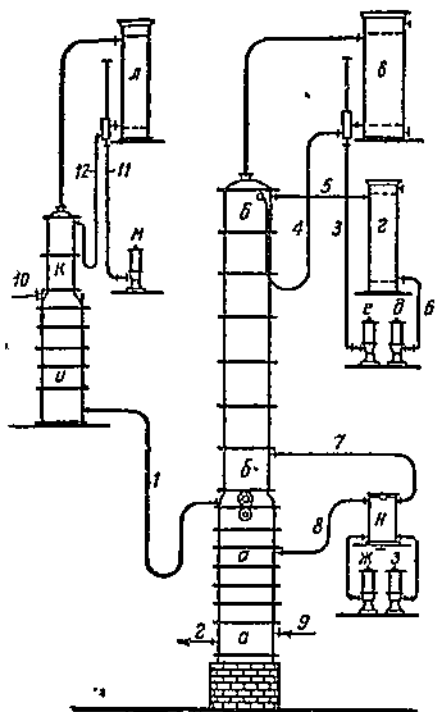


Рис. 24. Двухколонный непрерывно действующий ректификационный аппарат: *а-а* — выварные тарелки ректификационной колонны; *б-б* — концентрационные (укрепительные) тарелки ректификационной колонны; *в* — конденсатор; *г* — холодильник; *д* — фонарь ректификата; *е* — фонарь непастеризата; *ж-ж* — фонарь сычужного масла; *з-з* — фонарь растворимого сычужного масла; *и-и* — выварные тарелки эвпорационной колонны; *к-к* — концентрационные (укрепительные) тарелки эвпорационной колонны; *л* — конденсатор эвпорационной колонны; *м* — фонарь головных продуктов; *н* — холодильник хвостовых продуктов; *1* — труба, приводящая эвпорат в ректификационную колонну; *2* — место отвода люттерной воды; *3* — отвод непастеризованного спирта; *4* — отвод погона в ректификационную колонну; *5* — стб пастеризованного (ректификованного) спирта в холодильник *г*; *6* — подвод охлажденного спирта в фонарь *д*; *7* — отбор растворимого сычужного масла в холодильник *н*; *8* — отбор сычужного масла в холодильник *н*; *9* — подвод пара в ректификационную колонну; *10* — место ввода спирта-сырца; *11* — отвод головных продуктов; *12* — отвод погона в эвпорационную колонну.

своих примесей, и спирт уже не может быть вполне безупречным по качеству.

Совершенно очищенный спирт можно получить на двухколонном непрерывно действующем аппарате (рис. 24). Правая часть такого аппарата тождественна с описанной выше установкой, но прежде чем попасть в нее, ректифуемый спирт-сырец должен пройти через колонну *и-к*, называемую эвпоратором (эвпорационной колонной). Подобно другим колоннам, эвпоратор обогревается паром и снабжен концентрационными тарелками в части колонны *к*, конденсатором *л* и фонарем *м*. Эвпоратор регулирует таким образом, чтобы в фонаре *м* извлекалась только незначительная часть перерабатываемого спирта, например 5%. При таких условиях все головные продукты отгоняются и собираются в фонаре *м*, а жидкость, вытекающая из нижней части эвпоратора по трубе *1*, направляется в собственно ректификационный аппарат, в котором извлекаются масла, и спирт доводится до 96—96,5°, т. е. до крепости, минимально необходимой для полной очистки его от масел. Фонарь *е* регулируется в соответствии с уровнем жидкости в конденсаторе *в*, и извлекаемое им очень небольшое количество спирта направляется обратно в эвпоратор *и-к*.

Если головные примеси (даже в виде следов) ускользнут от действия эпоратора, или получатся в самой ректификационной колонне, например в результате этерификации (образование эфиров), то они будут удалены через фонарь *e*, и ректификат, поступающий в фонарь *d*, сохранит свое безупречное качество.

Иногда для окончательной очистки отбираемого в жидком виде ректификата ставят дополнительный эпоратор, производящий эпорацию большой крепости спирта, который обогревается закрытым паром (змеевиком или трубчаткой). Ввиду того что в этом эпораторе удаляются главным образом эфиры и головные примеси, образовавшиеся во время процесса ректификации, колонна его имеет значительно меньшие размеры, чем первый эпоратор, очищающий ректифицируемый спирт от головных примесей при низкой крепости.

Кроме того для лучшей концентрации хвостовых примесей ставят дополнительную колонну, в которой хвостовые примеси сильнее концентрируются; выделяющийся этиловый спирт отводится для эпорации вместе с частью головных примесей в первый эпоратор низкой крепости. Такова схема ректификационного аппарата непрерывного действия.

Получение ректифицированного спирта непосредственно из бражки. Имеются и такие аппараты, в которых перегонка бражки и ректификация соединяются в одну непрерывную операцию; называются они непрерывно действующими брагоректификационными аппаратами.

Брагоректификационные аппараты по способу действия делятся на следующие типы.

1. Аппараты прямого действия. Бражку подвергают эпорации в эпорационной колонне, а затем перегонке в бражной колонне. Выделяющиеся спиртовые пары отводятся в ректификационную колонну, и только незначительная часть их поступает в эпорационную колонну для её обогрева.

Аппараты прямого действия дают большую экономию в расходе пара, так как ректификационная колонна питается не жидким спиртом-сырцом, а его парами, приносящими с собой всю скрытую теплоту парообразования. В этих аппаратах бражка попадает в бражную колонну лишь по удалении из нее головных примесей. Пары, выходящие из бражной колонны, ректифицируются в ректификационной колонне описанным ранее образом.

Аппараты прямого действия не всегда дают спирт безупречного качества. На них не удается получить хорошего качества ректификата из паточной бражки. Кроме того аппараты прямого действия, перегоняющие сильно нагретую бражку, дают при одинаковых с другими типами условия меньшую производительность.

2. Аппараты непрямого (косвенного) действия. Эти аппараты представляют собой комбинацию колонны для получения из бражки слабоградусного спирта слабой крепости с ректификационным аппаратом непрерывного действия, принимающим

спирт-сырец из брагоперегонного аппарата. С точки зрения расхода пара этот метод, очевидно, не представляет никакой выгоды по сравнению с раздельным выполнением обеих операций, но он исключает необходимость в особых чанах для спирта-сырца, а также передвижения и охлаждения его. Качество получаемого спирта такое же, как и при обычном процессе.

3. Аппараты полупрямого действия. При работе аппаратов этого типа первоначально подвергается перегонке бражка в бражной колонне. Все выделяющиеся в ней спиртовые пары направляются для эспирации в эспирационную колонну непрерывно действующего ректификационного аппарата. При этом расход пара больше, чем при аппаратах прямого действия, но меньше, чем при аппаратах непрямого (косвенного) действия.

II. СИСТЕМЫ НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИХ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

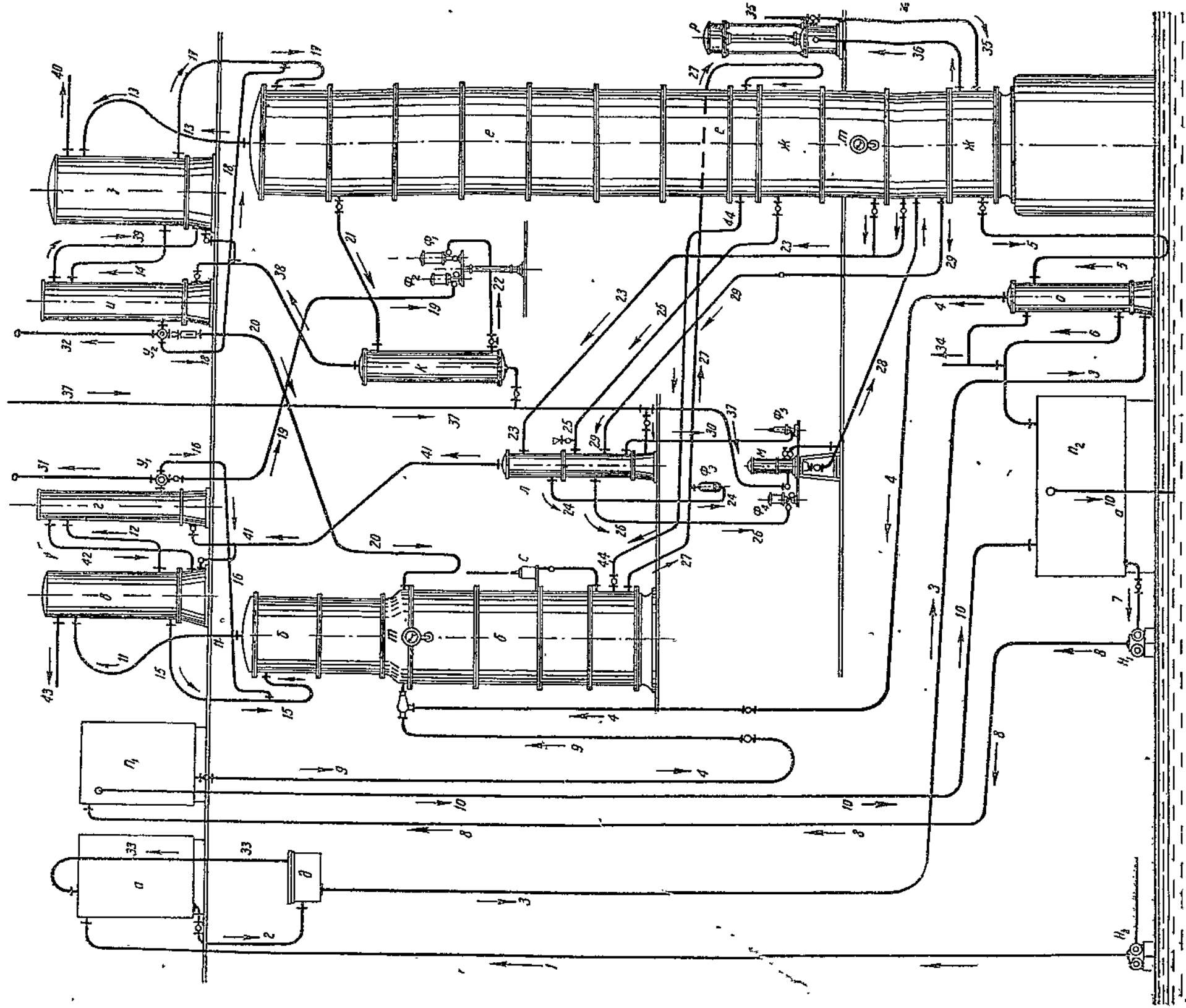
1. Аппарат Э. Барбе

Французскому инженеру Э. Барбе уже в 1881 г. удалось построить непрерывно действующий ректификационный аппарат — прототип современных аппаратов. Он состоит из двух отдельных частей: эспиратора и ректификационной колонны. В 1888 г. Барбе вводит операцию отбора кипящего спирта из верхних тарелок колонны и дает ей название «пастеризация». Затем изобретателем непрерывно вводятся усовершенствования отдельных деталей при сохранении общих принципов устройства.

Современный аппарат Барбе (рис. 25) состоит из:

- 1) эспирационной колонны *б*, ее дефлегматора *в* и конденсатора-холодильника *г*;
- 2) ректификационной колонны *е* с выварной частью *ж*, дефлегматора ректификационной колонны *з*, конденсатора-холодильника *и*;
- 3) холодильника для ректификата I сорта *к*;
- 4) холодильника для сивушного спирта, сивушного масла и пробных вод *л*;
- 5) маслоотделителя *м*;
- 6) подогревателя спирта *о*;
- 7) напорного спиртового резервуара *а*;
- 8) регулятора напора спирта *д*;
- 9) резервуаров для конденсационной (люттерной) воды n_1, n_2 .

В случае использования люттерной воды для нужд завода устанавливают регулятор напора люттерной воды (на рисунке не изображен). Перед входом спирта и воды в эспирационную колонну *б* стоит прибор для смешивания — меланжер, имеющий грушевидную форму. При ректификационной колонне имеется паровой регулятор *р*, а в эспирационную колонну для обогрева ее из парового пространства выварной камеры ректификационной колонны поступает пар постоянного давления. Поэтому при эспирационной колонне



фонаря делителя *y*₁ эфиры в фонарь *ф*₂; 20 — труба, отводящая неиспарившийся спирт из фонаря-делителя *y*₂ в эспорационную колонну *б*; 21 — труба, отводящая спирт ректификат 1 сорта из ректификационной колонны *в* в холодильник *к*; 22 — труба, отводящая спирт ректификат 1 сорта из холодильника *к* в фонарь *ф*₃; 23 — труба, отводящая спирт второй пар, содержащий много сивушного масла, в холодильник *л*; 24 — труба, отводящая из холодильника *л* спиртовую жидкость с сивушным маслом через фонарь *ф*₄ в маслоотделитель *м*; 25 — труба, отводящая пары крепкого сивушного спирта из ректификационной колонны *е* — *ж* в холодильник *л*; 26 — труба, отводящая крепкий сивушный спирт из холодильника *л* в фонарь *ф*₅; 27 — труба, отводящая эспонат из эспорационной колонны в выварную часть *ж* ректификационной колонны *е* — *ж*; 28 — труба, отводящая спиртовую жидкость из маслоотделителя *м* обратно в выварную часть *ж* ректификационной колонны *е* — *ж*; 29 — труба, отводящая пар с нижней тарелки выварной части *ж* в холодильник *л*; 30 — труба, отводящая конденсат, образовавшийся от охлажденной пара из холодильника *л* в фонарь *ф*₆ для определения потерь спирта; 31 — труба, отводящая воздух и нестущающиеся газы из фонаря делителя *y*₁ конденсатора *г*; 32 — труба, отводящая воздух и нестущающиеся газы из фонаря делителя *y*₂ конденсатора *и*; 33 — труба, отводящая воздух из регулятора напора спирта *д* в напорный спиртовой резервуар *а*; 34 — труба, отводящая воздух и следы пара из подогретеля *о* и трубы *б*; 35 — труба, подводящая пар от регулирующего клапана парового регулятора *р* в выварную камеру ректификационной колонны *е* — *ж*; 36 — труба, передающая давление в регулятор пара *р* из выварной камеры ректификационной колонны *е* — *ж*; 37 — водная магистраль, питающая холодильник *к*, холодильник *л* и маслоотделитель *м*; 38 — труба, подводящая воду из холодильника *к* в конденсатор *и*; 39 — труба, передающая воду из конденсатора *и* в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е* — *ж*; 40 — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е* — *ж*; 41 — труба, подводящая пар из холодильника *л* в конденсатор *г* эспорационной колонны *б*; 42 — труба, передающая воду из конденсатора *г* в дефлегматор *в* эспорационной колонны; 43 — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *в* эспорационной колонны; 44 — труба, подводящая спиртовой пар из парового пространства верхней тарелки выварной части *ж* ректификационной колонны для обогреть эспорационной колонны.

не ставят паровой регулятор, а только указатель давления в колонне — водяной манометр *с*. Отходящая лоттерная вода собирается в резервуаре *п₂* и перекачивается насосом *н₁*. Для подачи спирта в напорный чан имеется паровой насос *н₂*. Готовый продукт — ректификат I сорта — отбирается из фанаря (эпруветки) *ф₁*, альдегиды и эфиры — из фанаря *ф₂*, сивушное масло — из фанаря *ф₃*, промежуточные продукты (обычно называемые крепким сивушным спиртом) — из фанаря *ф₄*, и, наконец, конденсат из паровогогона с первой тарелки выварной части *ж* — из фанаря *ф₅*.

Получаемое из фанаря *ф₃* сивушное масло направляется в маслоотделитель *м*. Здесь сивушное масло отделяется от спирта и воды, для чего оно перед поступлением в маслоотделитель *м* смешивается с поступающей в маслоотделитель холодной водой. Поступившая в маслоотделитель смесь воды и сивушного масла (эмульсия) делится на два слоя, т. е. происходит декантация: сивушное масло собирается наверху, а нижний слой, состоящий из слабой спиртовой жидкости, отводится обратно в выварную часть колонны *ж* для отгона из него спирта. Собравшееся в верхней части сивушное масло промывается холодной водой через барботер. При этом вновь образуется эмульсия, которая быстро вновь расслаивается, и наверх всплывает сивушное масло, отвечающее стандарту. По мере накопления сивушное масло периодически выпускают в сборник. При конденсаторах-холодильниках *г* и *и* имеются наблюдательные фанари *у₁* и *у₂*.

Для правильной работы на аппарате Барбе крайне важно знать детальное устройство каждой отдельной части аппарата. Только зная детально аппарат, можно хорошо управлять им.

Эпюрационная колонна. Эпюрационная колонна *б* (см. рис. 25) в месте поступления в нее спирта-сырца делится на две части: нижнюю выварную (отгонную) и верхнюю концентрационную (альдегидную). Выварная часть эпюрационной колонны *б* обычно состоит из 14—20 тарелок, на которых отгоняются все головные примеси спирта-сырца, поступающего на верхнюю ее тарелку. Над верхней тарелкой выварной части расположена вторая — концентрационная часть эпюрационной колонны, состоящая чаще всего из 10, а иногда из 14 тарелок.

Эпюрационная колонна. Эпюрационная колонна *б* (см. рис. 25) пающим из выварной части *ж* ректификационной колонны по трубе 44, соединенной с паровым пространством верхней тарелки выварной части *ж*. Часто эпюрационная колонна обогревается водяным паром постоянного давления, поступающим из парового пространства выварной камеры ректификационной колонны *е* — *ж*.

Самое нижнее звено (дарга) эпюрационной колонны представляет собой выварную камеру, в которую через барботер поступает обогревающий пар, и из нее же отводится спирт (называемый эпюратом), не содержащий головных примесей. Эпюрат отводится по трубе 27 на верхнюю тарелку выварной части *ж* ректификационной колонны.

Паровое пространство выварной камеры соединено с водяным манометром *с*, показывающим давление в эпорационной колонне. Для получения показаний уровня эпората в этой камере ставят водомерное стекло. В паровое пространство 13-й снизу тарелки эпорационной (отгонной) части колонны ставят тальпотасиметр *т* (термометр с круглым циферблатом) для определения крепости спиртового раствора по температуре при существующем давлении в колонне.

На верхнюю тарелку эпорационной (отгонной) части колонны, кроме спирта и люттерной воды, поступающих по трубам 4 и 9 через меланжер, вводят по трубе 20 непастеризованный спирт из конденсатора-холодильника и ректификационной колонны *е*. Спирт вводится через наблюдательный фонарь y_2 и регулирующий его количество вентиль.

При эпорационной колонне для питания концентрационной части ее ставят дефлегматор *в*, за ним конденсатор-холодильник *г*. Погон из дефлегматора *в* отводится по трубе 15 на самую верхнюю тарелку альдегидной части колонны. Часть конденсата из конденсатора-холодильника *г* в качестве отхода, называемого альдегидами и эфирами, выводится через наблюдательный фонарь y_1 по трубе 19 в фонарь ϕ_2 . Отсюда альдегиды и эфиры направляются в спиртоприемник, а остальная часть альдегидов и эфиров по трубе 16 поступает в трубу 15, откуда вместе с погоном дефлегматора *в* отводится на верхнюю тарелку альдегидной части колонны *б*. Несгустившиеся в конденсаторе-холодильнике *г* газы отводятся из наблюдательного фонаря y_1 по трубе 31 в атмосферу.

Ректификационная колонна. Ректификационная колонна *е—ж* (см. рис. 25) состоит из выварной (отгонной) части колонны *ж*, имеющей 16 тарелок для отгона спирта из поступающего в колонну эпората, и укрепительной (концентрационной) части *е*, имеющей 40 тарелок для ректификации спирта.

Выварная часть *ж* служит для питания концентрационной части *е* спиртовыми парами, не содержащими ни головных, ни хвостовых примесей, так как головные примеси уже отобраны в эпорационной колонне, а хвостовые (сивушное масло) отобраны из выварной части *ж* с 6-й и 4-й тарелок, считая снизу. Иногда сивушное масло отбирают с большего количества тарелок — с 6, 8 и 11-й. Промежуточные примеси отбираются с 14-й тарелки, но иногда их отбирают не только с 14-й тарелки, а и с 1-й или 2-й или 3-й тарелок, считая снизу концентрационной части *е*.

Места отбора сивушного масла и промежуточных примесей изменяют в зависимости от насыщенности колонны спиртом. Крепость отбираемых примесей то повышается, если колонна содержит мало спирта, то понижается, если колонна содержит много спирта. Сивушное масло отводится из части *ж* колонны по трубе 23 в холодильник примесей *л*, а из него по трубе 24 — в фонарь ϕ_3 . Отсюда сивушное масло поступает в маслоотделитель *м*, где оно промь-

вается водой и как более легкое всплывает наверх. Слабый же спиртовой раствор при помощи сифонной трубки непрерывно удаляется из маслоотделителя *м* по трубе 28 и выварную часть *ж* на 3-ю тарелку, считая снизу колонны, где и перегоняется вновь.

Промежуточные примеси (крепкий сивушный спирт) отводятся из колонны по трубе 25 в холодильник *л*, отсюда по трубе 26 — в фонарь *ф*₄, а из него — в спиртоприемник.

Обычно крепкий сивушный спирт смешивают с альдегидами и эфирами и употребляют для приготовления денатурированного спирта. Из парового пространства над 1-й тарелкой, считая снизу вываренной части *ж*, по трубе 29 отбирают пар для испытания на содержание в нем спирта. Пар отводится в холодильник *л*, откуда по трубе 30 конденсат этого пара идет в фонарь *ф*₅, где определяют содержание спирта в конденсате. При правильной работе колонны спирта в конденсате совершенно не должно быть.

Нижняя царга (звено) выварной части *ж* ректификационной колонны является выварной камерой. Сюда поступает пар, идущий по трубе 35 через паровой регулятор *р*, соединенный с колонной трубой 36, которая передает давление из колонны в резервуар парового регулятора *р*. Освобожденная от спирта вода (лоттерная) отводится из выварной камеры по трубе 5, имеющей U-образную форму, глубиной до 3 м, служащей гидравлическим затвором против прорыва пара. Для использования тепла лоттерной воды ее отводят в подогреватель *о*, в котором нагревается сырой спирт, поступающий сюда по трубе 3. Нагретый спирт уходит по трубе 4 в меланжер, стоящий на входном штуцере эпорационной колонны. Из подогревателя *о* охлажденная лоттерная вода по трубе 6 отводится в резервуар для конденсационной воды. В верхней точке трубы 6 ставят воздушную трубу; к ней присоединяют трубу 34, отводящую из верхней части межтрубного пространства воздух, выделяющийся из горячей лоттерной воды.

Охлажденная до температуры 80° лоттерная вода подается паровым насосом *н*₁ по трубе 8 в резервуар *н*₁, а из него по трубе 9 — в меланжер. Излишек воды из резервуара *н*₁ отводится по трубе 10 в нижний резервуар *н*₂, а отсюда в сточную канаву. Однако почти всегда из резервуара *н*₁ горячую воду берут не только для разбавления спирта в колонне, но и на другие нужды завода. Тогда на трубе 9 ставят регулятор напора воды. В этом случае почти не бывает излишней воды. Спирт-сырец насосом *н*₂ подается по трубе 1 в напорный спиртовой резервуар, а из него по трубе 2 — в регулятор напора спирта *д* и уже отсюда — в подогреватель *о*, а дальше — как указано было выше.

Концентрационную часть *е* ректификационной колонны обычно устанавливают на выварной части *ж*. Промежуточное звено между частями *е* и *ж* — меньшей высоты, чем остальные звенья (царги); оно составляет паровое пространство 16-й тарелки выварной части *ж*, и в эту часть, непосредственно в жидкость 16-й тарелки,

вводится эшюрат из эшюрационной колонны б, а также стекает по сливной трубе погон из концентрационной части е. Спиртовые пары из выварной части ж колонны делятся в данном случае на два потока: один поток идет по трубе 44 в эшюрационную колонну б для обогрева ее, второй, больший поток идет непосредственно в тарелки концентрационной части е, откуда поступает по трубе 13 в дефлегматор ректификационной колонны е—ж. Здесь почти $\frac{3}{4}$ пара конденсируется и в виде погона стекает по трубе 17 на самую верхнюю (40-ю) тарелку концентрационной части е.

Несгутившаяся часть спиртовых паров отводится по трубе 14 в конденсатор-холодильник и, где окончательно сгущается и поступает в наблюдательный фонарь у₂. Отсюда часть конденсата спирта, еще содержащая заметные следы головных примесей и называемая непастеризованным спиртом, по трубе 20 отводится в строго определенном количестве в эшюрационную колонну для вторичной переработки. Остальная часть конденсата по трубе 18, присоединяемой к погонной трубе 17, поступает в ректификационную колонну. Несгутившиеся газы и воздух уходят из наблюдательного фонаря у₂ по трубе 32 в атмосферу.

Ректифицированный спирт отбирается из концентрационной части е ректификационной колонны с 5-й, считая сверху, тарелки, в виде кипящей жидкости; по трубе 21 он направляется в холодильник к для I сорта, затем по трубе 22 — в фонарь ф₁, а из него — в спиртоприемник. Если на заводе имеются контрольные снаряды, то ректифицированный спирт из фонаря ф₁ отводится в пробоотбирающий контрольный снаряд сист. Недошивина, а затем — в спиртоприемник.

Вода для охлаждения поступает в аппарат по центральной трубе 37, имеющей ответвления с кранами: перед холодильником к для I сорта, перед холодильником л для низших сортов и перед маслоотделителем м для разбавления сивушной жидкости. Вода, пройдя через холодильник к, отводится по трубе 38 с краном в нижнюю водяную камеру конденсатора-холодильника и, а из него по трубе 39 — в нижнюю водяную камеру дефлегматора, откуда удаляется по трубе 40. При остановке аппарата на продолжительное время из дефлегматора можно спустить воду через кран, стоящий на отдельном штуцере у нижней водяной камеры, предназначенный для выпуска воды и через отросток трубы соединенный с трубой 38 и с трубой 37.

Таков же путь воды через холодильник л, откуда вода по трубе 41 поступает в нижнюю водяную камеру конденсатора холодильника г, а из него по трубе 42 — в нижнюю камеру дефлегматора в, и уже отсюда она отводится по трубе 43 в сборник горячей воды для нужд завода. В случае необходимости освободить дефлегматоры от воды, открывают кран, стоящий на специальном штуцере нижней водяной камеры. Кран небольшим отростком трубы соединен с трубой 41, которая сообщается с центральной подводящей воду трубой 37.

На рис. 25 не показан спускной кран воды из центральной трубы 37, через который можно в случае необходимости спустить воду из всех охлаждающих приборов. При изображенной на рис. 25 подводке воды к охлаждающим приборам для спуска воды достаточно закрыть вентиль у напорного бака, чтобы вода перестала поступать в регулятор напора и в центральную трубу 37. Открыв спускной кран из нее (не изображенный на рис. 25) и оставив открытым впускные краны в холодильники *к* и *л* и конденсаторы-холодильники *г* и *и*, а также открыв спускные краны для воды из дефлегматоров *в* и *з*, можно спустить всю воду из охлаждающих приборов. Во время работы аппарата при налаженном режиме его не приходится регулировать впуск воды водяными кранами при входе в конденсаторы-холодильники, так как впуск воды в холодильники *к* и *л* регулируется кранами на отводящих из них воду трубах 38 и 41, и холодильники находятся под напором воды из регулятора. Через них проходит столько воды, сколько поступает в конденсаторы-холодильники и выходит из дефлегматоров.

Для предохранения колонны аппарата от могущего образоваться в них вакуума паровое пространство выварных камер обеих колонн и паровое пространство нижнего резервуара парового регулятора соединяют с атмосферой через автоматический воздушный клапан. В случае внезапного образования вакуума этот клапан подает воздух; кроме того он не пропускает пара из колонн и парового регулятора при наличии в них давления.

Тарелка. Колонны аппарата снабжены тарелками особой конструкции. Барбе обратил внимание на недостаточность барботажа на существовавших в то время многоколпачковых тарелках. Он первый снабдил боковую поверхность колпачков прямоугольными вырезами, чтобы спиртовые пары выходили из-под колпачка мелкими пузырьками, благодаря чему значительно повышается коэффициент полезного действия тарелки. Тарелки концентрационной и выварной (отгонной) частей колонны имеют разное устройство на разную толщину слоя жидкости и разную высоту и ширину вырезов в колпачках для прохода через них спиртовых паров.

Выварные тарелки снабжены колпачками с вырезами высотой 40 мм и шириной 7 мм, не достигающими до дна тарелки на 20 мм. Высота сливной трубки над тарелкой равна 70 мм. Колпачки тарелок в концентрационной части колонны имеют вырезы высотой 20 мм и шириной 4 мм и стоят на дне каждой тарелки; высота сливной трубки над тарелкой, т. е. толщина слоя жидкости, составляет 30—33 мм. Ширина полосок колпачка такая же, как и ширина вырезов у колпачков.

Барбе придает очень большое значение строгой горизонтальности дна тарелок. Поэтому тарелки Барбе даже при малых диаметрах колонны снабжены снизу уголками жесткости, не достигающими до стенок колонны на 2—3 мм. Число уголков жесткости колеблется в зависимости от диаметра тарелки. Тарелка имеет загнутые кверху

борты жесткости. На рис. 26 изображена тарелка конструкции Барбе для выварной части колонны, но без уголков жесткости.

Расчет тарелки Барбе ведет по скорости спиртовых паров, но не соблюдает соотношений:

$$S_1 = S_2 = S_3 = S_4.$$

где: S_1 — площадь парового патрубка,

S_2 — площадь между верхним краем парового патрубка и колпачком,

S_3 — площадь пространства между боковыми стенками колпачка и патрубка и

S_4 — площадь вырезов в колпачке.

Обычно площадь увеличивается от S_1 до S_4 ; при этом наибольшей часто бывает S_3 . При прохождении через вырезы колпачков скорость спиртовых паров принимают равной 3—5 и даже 6 м/сек.

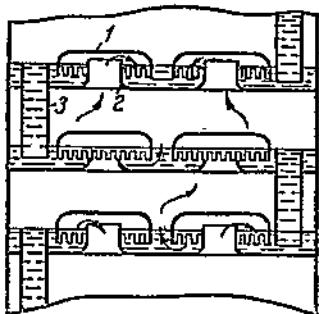


Рис. 26. Тарелка ректификационного аппарата Барбе: 1 — колпачок; 2 — паровой патрубок; 3 — сливная труба.

Фирма Баджер и К° в Бостоне в изготавливаемых ею непрерывно действующих аппаратах ставит тарелки с большим количеством колпачков, чем Барбе, но диаметром, равным 75 мм, тогда как Барбе применяет колпачки диаметром 100 мм.

Фирма Борман Шведе и К°, строящая аппараты по патенту Барбе, в конце концов создала для колонн до 1 м диаметром собственную конструкцию тарелок двойного кипячения с одним центральным колпаком с зубцами. Колонны

же большего диаметра снабжались тарелками двойного кипячения, но вместо одного центрального колпака ставились 12—15 колпачков диаметром от 150 до 250 мм. Такое изменение тарелок удешевляет стоимость изготовления аппарата без ухудшения качества его работы.

Первоначально на устройство сливных труб не обращали особого внимания. Почти все аппараты прежних выпусков имеют недостаточный с современной точки зрения слив и не особенно надежный гидравлический затвор. Диаметр сливной трубки определяют по формуле Френчиса (см. стр. 36). При этом у нижнего конца сливной трубки делают гидравлический затвор глубиной до 40 мм, что достигается устройством глубокой сливной чашки или специальной перегородки при колоннах больших диаметров. Чем больше периметр для слива погона и чем глубже гидравлический затвор, тщательно при этом изолированный от выходящего из-под колпачков спиртового пара, тем ровнее и спокойнее работает аппарат и тем больше его производительность.

Дефлегматоры и конденсаторы. Трубчатые дефлегматоры и конденсаторы Барбе отличаются от обычных трубчатых дефлегматоров только тем, что межтрубное пространство имеет 3—4 или больше перегородок с отверстиями для прохода через них охлаждающих труб. Диаметр отверстий для прохода трубок на 3—4 мм больше наружного диаметра охлаждающих трубок; через эти отверстия спиртовой пар проходит из отделения в отделение. Благодаря наличию многочисленных узких отверстий спиртовой пар ближе соприкасается с охлаждающими поверхностями, а образовавшийся на трубках погон он разбрызгивает при проходе через перегородку. Этим несколько повышается коэффициент теплопередачи.

Холодильники. Аппараты, требующие больших поверхностей охлаждения, снабжаются трубчатыми холодильниками; требующие же малых поверхностей охлаждения, а также для охлаждения низших сортов спирта снабжаются змеевиками, которые могут быть помещены в количестве нескольких штук в одном цилиндре, наполненном водой.

Маслоотделитель. Аппараты Барбе первоначально не имели маслоотделителя, и получаемую спиртовую жидкость с большим содержанием сивушного масла приходилось подвергать вторичной перегонке для извлечения из нее спирта и выделения сивушного масла. Выход ректификата I сорта был пониженным, и поэтому для перегонки низких сортов и их концентрирования ставили вспомогательный аппарат. После изобретения маслоотделителя отпала нужда в вспомогательном аппарате, и с аппарата стали получать максимальное количество ректификата I сорта.

Маслоотделитель (рис. 27) состоит из медного резервуара *a*, к верхней части которого прикреплен (герметически) болтами *b* стеклянный цилиндрический сосуд *в*, снабженный медной крышкой *г*. По трубе *ж* в прибор поступает сивушное масло, растворенное в спиртовой жидкости и смешанное с водой в тройнике. Тройник стоит снаружи прибора и имеет вентили *д* и *е*, служащие для регулирования количества сивушной жидкости и воды, поступающих в маслоотделитель.

Через верхний вентиль *д* поступает сивушная жидкость, а через нижний вентиль *е* — вода для образования эмульсии. Количество добавляемой воды регулируется крепостью эмульсии, о чем судят по показанию спиртомера-волчка, помещенного в расширении трубы *ж*, через которую эмульсия поступает в маслоотделитель. Жидкость из трубы *ж* идет внутрь трубы *з* (называемой успокоительной) и, выйдя из нее, смешивается с остальной жидкостью, находящейся в маслоотделителе. Эмульсия, поступившая в маслоотделитель, быстро расслаивается на два слоя. Верхний слой представляет собой сивушное масло крепостью 87—89° по Траллесу, а нижний — сильно разбавленную спиртовую жидкость, содержащую в небольшом количестве растворенное сивушное мас-

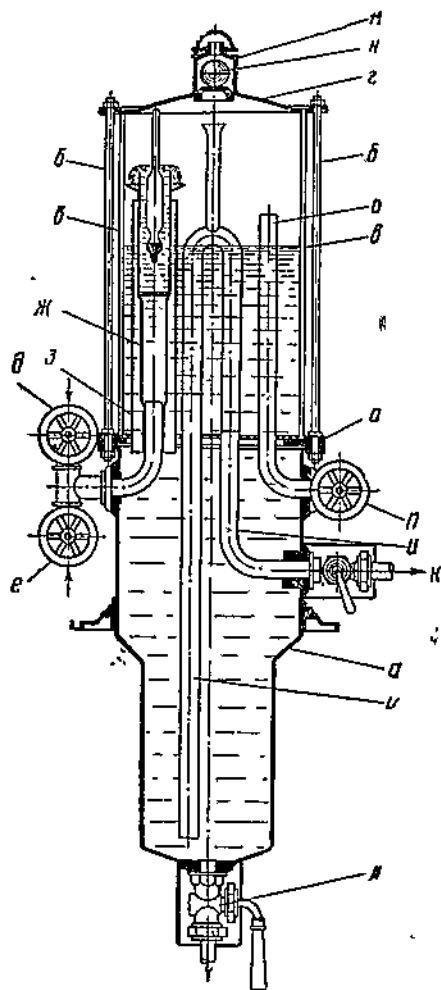


Рис. 27. Маслоотделитель: *а* — медный резервуар; *б* — болты; *в* — стеклянный цилиндр; *г* — медная крышка; *д* — вентиль для регулирования сивушной жидкости; *е* — вентиль для регулирования воды; *жс* — труба, подводящая в маслоотделитель смесь воды и сивушной жидкости; *з* — успокоительная труба, по которой эмульсия сивушной жидкости поступает в средину маслоотделителя; *и* — сифонная трубка для отвода спиртовой жидкости в выварную часть *жс* ректификационной колонны *е—жс*; *к* — кран, регулирующий сток спиртовой жидкости по трубке *и*; *л* — кран для опорожнения маслоотделителя; *м* — воздушник Истратова для выпуска воздуха; *н* — резиновый шарик — клапан воздушника; *о* — труба для спуска сивушного масла из маслоотделителя; *п* — вентиль для выпуска сивушного масла

ло. Для отвода нижнего слоя спиртовой жидкости имеется сифонная трубка *и*. Она устроена таким образом, что один конец ее доходит почти до дна маслоотделителя, а другой выходит наружу и оканчивается краном *к*. В самой нижней части маслоотделителя (за конусом) имеется кран *л*, через который можно выпустить все содержимое маслоотделителя. На крышке *г* маслоотделителя устроен воздушник сист. Истратова *м*, позволяющий воздуху выходить из маслоотделителя. Если жидкость переполнит прибор, то резиновый шарик *н* поднимается вверх и закрывает выходное отверстие. Труба *о* предназначена для отвода через нее сивушного масла (верхнего слоя); снаружи она оканчивается вентилем *п*.

Отстоявшееся сивушное масло (верхний слой) собирают в стеклянный сосуд так, чтобы оно, не достигая верхнего конца трубы *з*, покрывало полностью верхний конец трубы *о*. Перед спуском сивушное масло промывают еще раз водой которую пропускают через барботер (не показан на рис. 27). Вода при промывке не смешивается с сивушным маслом, а извлекает из него остатки спирта. Для спуска промытого сивушного масла через трубу *о* открывают вентиль *п* и закрывают кран *к*. При закрытом кране *к* прите-

кающая жидкость поднимает уровень сивушного масла, которое и уходит через трубу *о*. После спуска сивушного масла вентиль *п* закрывают, а кран *к* открывают. Благодаря этому устанавливается нормальный уровень, и накопление верхнего слоя сивушного масла начинается вновь. Нижний слой жидкости, наполняющей маслоотделитель, отводится через краны *к* и *л* по трубе 28, присоединяемой к кранам *к* и *л* в выварную часть *ж* ректификационной колонны (см. рис. 25). Здесь он подвергается перегонке. Маслоотделитель прикрепляется к столу, на котором он устанавливается, при помощи фигурного фланца.

Паровой регулятор. В аппарате Барбе применяется паровой регулятор типа Савалля, отличающийся тем, что нижний резервуар регулятора у него несколько выше обычного, а впуск пара регулируется при помощи дроссельного клапана.

Увеличение высоты нижнего резервуара позволяет изменять давление в аппарате в сравнительно широких пределах, не прибегая к поднятию верхнего резервуара.

Фонари (эпруветки). Для наблюдения за качеством и количеством получаемых продуктов Барбе применяет фонари, состоящие из стеклянных цилиндров, открытых с обеих сторон. Они установлены на распределительном устройстве и закрыты медной крышкой с воздушником сист. Истратова. На входном и выходном отверстиях ставятся регулирующие вентили. Такое устройство способствует быстрой и легкой регулировке количества отбираемых продуктов.

2. Аппарат Гильома

Непрерывно действующий ректификационный аппарат Гильома отличается от такого же аппарата Барбе схемой его устройства и конструкцией тарелок. Гильом стремился повысить коэффициент ректификации примесей. Он применяет при ректификации еще большее разбавление спирта-сырца конденсационной водой, примерно до 15—25° по Траллесу путем ввода в эпорационную колонну люттерной воды, но не в одном месте, а в двух, причем второй ввод делается в концентрационной части эпорационной колонны.

Из ректификационной колонны не только отбираются головные примеси под названием альдегидов и эфиров, но и отводятся промежуточные примеси, а также часть хвостовых примесей для окончательной переработки их в специальной дополнительной колонне.

Из ректификационной колонны отбираются хвостовые примеси, которые отводятся на окончательную обработку в ту же специальную дополнительную колонну.

Ректификат I сорта получается после вторичной эпорации при высокой крепости. Для этого во вторую эпорационную колонну, называемую окончательной, отводится часть погона из дефлегматора ректификационной колонны. Промежуточные и хвостовые

примеси, как указывалось выше, перерабатываются в дополнительной колонне; при этом они получают в концентрированном виде.

Гильом снабжает ректификационную колонну специальными тарелками небольшой емкости. Поэтому между концентрационной и выварной частями ректификационной колонны он ставит значительных размеров сосуд, называемый аккумулятором.

Для регулирования выпуска воды в дефлегматоры и конденсаторы в аппарате Гильома применяются водяные регуляторы. Общая схема аппарата Гильома приведена на рис. 28 с подробным пояснением частей аппарата и всех соединительных трубопроводов.

Эпюрационная колонна. Выварная (отгонная) часть эпюрационной колонны имеет от 12 до 15 тарелок. На верхнюю ее тарелку по трубе 4 поступает спирт-сырец, предварительно подогретый в подогревателе спирта *ш*, а также вода из резервуара конденсационной воды *н* по трубе 64—65 через наблюдательный фонарь *у*. На эту же тарелку, через тот же наблюдательный фонарь *у*, поступает для вторичной переработки по трубе 14 спирт из конденсатора колонны окончательной очистки, а по трубе 16 — спирт из конденсатора *ц*, обслуживающего ректификационную и дополнительную колонны. Сюда же в эпюрационную колонну по трубам 17 и 18 отводится излишек жидкости, образовавшийся в водяных регуляторах вследствие конденсации спиртовых паров.

Ввод излишней конденсационной воды из водяных регуляторов Гильом осуществляет по-разному: иногда на верхнюю приемную тарелку, иногда на следующую нижнюю тарелку (как изображено на рис. 28); часто на 4—5 тарелок ниже приемной, т. е. на 10- или 11-ю тарелку, считая снизу колонны. Ввиду незначительного количества поступающей жидкости место ввода ее в колонну не имеет существенного значения. В выварную камеру выварной части эпюрационной колонны по трубе 44 поступает из ректификационной колонны пар для обогрева эпюрационной колонны. Полученный в выварной камере эпюрат по трубе 29 отводится на верхнюю тарелку выварной части *ж* ректификационной колонны. Паровое пространство 9-й или 8-й тарелки, считая снизу колонны, соединено с водяным манометром *с* (указатель давления). Правильнее было бы водяной манометр *с* соединить с паровым пространством выварной камеры. В этом случае он показывал бы общее давление всей колонны, а не давление только той части эпюрационной колонны *б*, которая расположена выше манометра. Из выварной части колонны *б* спиртовые пары поступают в концентрационную колонну, имеющую 14—16 тарелок. Здесь происходит концентрация головных примесей спирта-сырца.

Во избежание чересчур высокой крепости этих примесей Гильом делает вторичный выпуск лоттерной воды по трубе 66 на 6-ю или 9-ю тарелку, считая снизу концентрационной части. Количество впускаемой конденсационной воды регулируют согласно темпера-

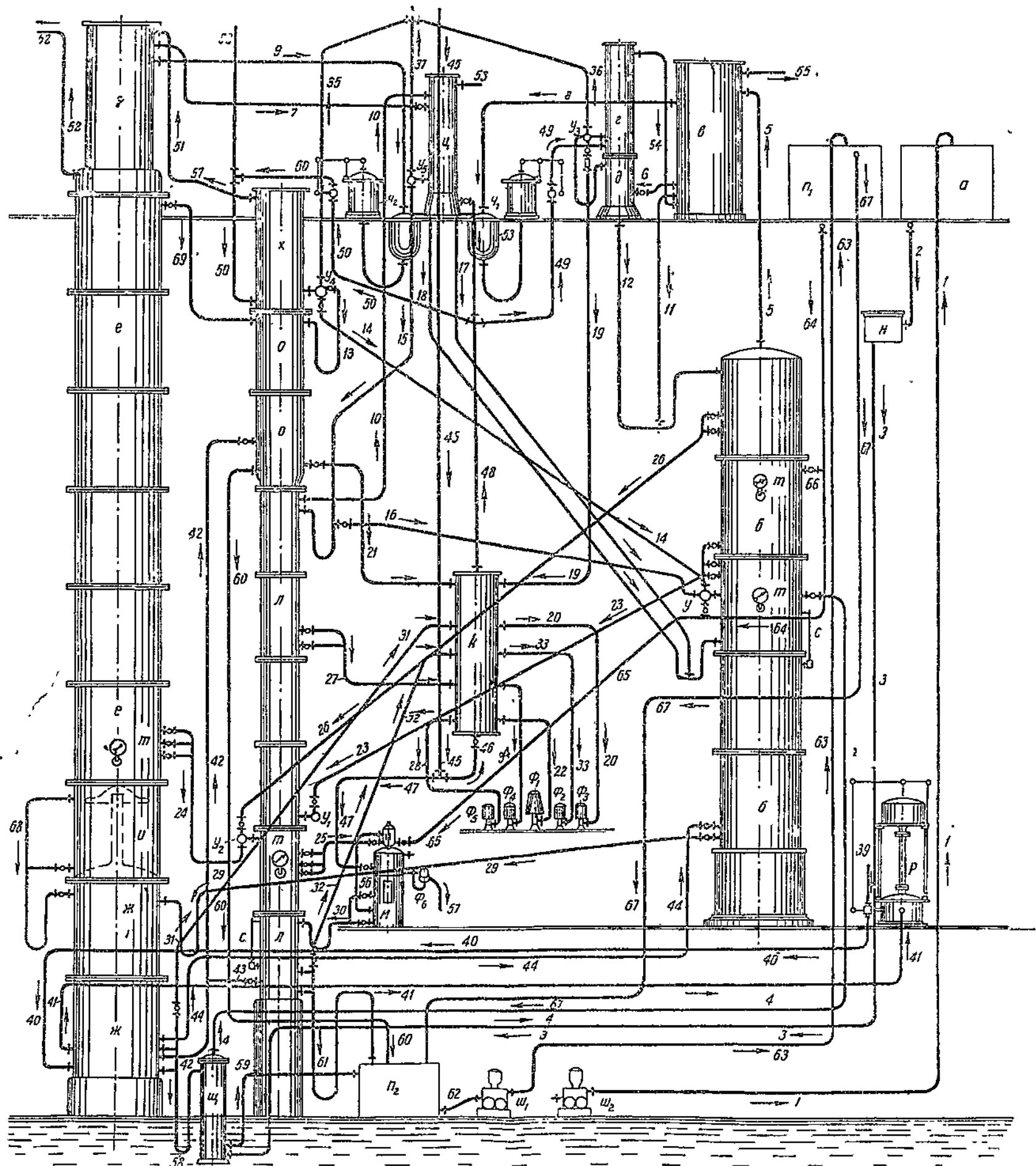


Рис. 28. Непрерывно действующий ректификационный аппарат Гильома: *а* — напорный спиртовой резервуар; *б* — эвпорационная колонна; *в* — дефлегматор эвпорационной колонны; *г* — конденсатор эвпорационной колонны; *д* — колонна для концентрации эфиров; *е* — концентрационная часть ректификационной колонны; *ж* — выварная часть ректификационной колонны; *з* — дефлегматор ректификационной колонны; *и* — аккумулятор; *к* — холодильник; *л* — дополнительная колонна; *м* — маслоотделитель; *н* — регулятор напора спирта; *о* — колонна окончательной очистки; *п* — напорный резервуар люттерной воды; *п₂* — сборник люттерной воды; *р* — паровой регулятор; *с* — водяные манометры (указатели давления) эвпорационной и дополнительной колонны; *т* — тальпотасметры; *у*, *у₁*, *у₂*, *у₃*, *у₄*, *у₅* — наблюдательные фонари; *ф₁* — фонарь для спирта ректификата I сорта; *ф₂* — фонарь для конденсата дополнительной колонны; *ф₃* — фонарь для эфиров; *ф₄* — фонарь для конденсата ректификационной колонны; *ф₅* — фонарь для промежуточных примесей; *ф₆* — фонарь для сынушного масла; *х* — конденсатор колонны окончательной очистки *о*; *ц* — конденсатор дополнительной колонны *л* и ректификационной колонны *е—ж*; *ч₁* — водяной регулятор при эвпорационной колонне *б*; *ч₂* — водяной регулятор при ректификационной колонне *е—ж*; *ш₁* — паровой насос для люттерной воды; *ш₂* — паровой насос для спирта; *щ* — подогреватель спирта; *1* — спиртовая труба в напорный спиртовой резервуар; *2* — спиртовая труба в регулятор напора спирта *н*; *3* — спиртовая труба в подогреватель спирта *щ*; *4* — спиртовая труба в эвпорационную колонну *б* из подогревателя спирта *щ*; *5* — труба спиртового пара из эвпорационной колонны в дефлегматор *в*; *6* — труба спиртового пара из дефлегматора *в* в колонну для концентрации эфиров *д*; *7* — труба спиртового пара из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж* в конденсатор *ц*; *8* — труба спиртового пара, передающая давление в дефлегматоре *в* в водяной регулятор *ч₁*; *9* — труба спиртового пара, передающая давление в дефлегматоре *з* в водяной регулятор *ч₂*; *10* — труба спиртового пара из дополнительной колонны в конденсатор *ц*; *11* — труба, отводящая погон из дефлегматора *а* в эвпорационную колонну; *12* — труба, отводящая погон из колонны для концентрации эфиров *д* в эвпорационную колонну; *13* — труба, отводящая излишек погона из наблюдательного фонаря *у₄* конденсатора *х* в колонну окончательной очистки *о*; *14* — труба, отводящая часть погона из конденсатора *х* в эвпорационную колонну через наблюдательный фонарь *у₅*; *15* — труба, отводящая погон из наблюдательного фонаря *у₅* конденсатора *ц* в дополнительную колонну *л*; *16* — труба, отводящая часть погона из трубы *15* конденсатора *ц* в эвпорационную колонну через наблюдательный фонарь *у₅*; *17* — труба, отводящая конденсат спиртового пара из водяного регулятора *ч₁* в эвпорационную колонну *б*; *18* — труба, отводящая конденсат спиртового пара из водяного регулятора *ч₂* в эвпорационную колонну; *19* — труба, отводящая часть эфиров в холодильник *к*; *20* — труба, отводящая эфиры из холодильника *к* в фонарь *ф₃*; *21* — труба, отводящая спирт-ректификат I сорта из колонны окончательной очистки *о* в холодильник *к*; *22* — труба, отводящая спирт-ректификат I сорта из холодильника *к* в фонарь *ф₁*; *23* — труба, отводящая сынушное масло из эвпорационной колонны *б* в дополнительную колонну *л* через наблюдательный фонарь *у₁*; *24* — труба, отводящая спиртовую жидкость с большим количеством сынушного масла в дополнительную колонну *л* через наблюдательный фонарь *у₂*; *25* — труба, отводящая спиртовую жидкость с сынушным маслом из дополнительной колонны *л* в фонарь-смеситель маслоотделителя *м*; *26* — труба, отводящая промежуточные примеси из эвпорационной колонны *б* в дополнительную колонну *л* через наблюдательный фонарь *у₃*; *27* — труба, отводящая промежуточные примеси из дополнительной колонны *л* в холодильник *к*; *28* — труба, отводящая промежуточные при-

месы из холодильника *к* в фонарь *ф₃*; *29* — труба, отводящая эвпорат из эвпорационной колонны *а* в вываренную часть *ж* ректификационной колонны *е—ж*; *30* — труба, отводящая спиртовую жидкость из маслоотделителя *м* в дополнительную колонну *л*; *31* — труба, отводящая пар с нижней тарелки выварной части *ж* ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *к*; *32* — труба, отводящая пар с нижней тарелки дополнительной колонны *л* в холодильник *к*; *33* — труба, отводящая конденсат пара выварной части *ж* ректификационной колонны из холодильника *к* в фонарь *ф₃*; *34* — труба, отводящая конденсат пара дополнительной колонны из холодильника *к* в фонарь *ф₃*; *35* — труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря *у₄* конденсатора *х*; *36* — труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря *у₅* конденсатора *ц*; *37* — труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря *у₅* конденсатора *ц*; *38* — труба, отводящая воздух из трубы *50* от регулирующего клапана водяного регулятора *ч₂*; *39* — труба, подводящая пар к регулирующему клапану парового регулятора *р*; *40* — труба, отводящая пар из регулирующего клапана парового регулятора *р* в выварную камеру ректификационной колонны *е—ж*; *41* — труба, передающая давление в паровой регулятор *р* из выварной камеры ректификационной колонны *е—ж*; *42* — труба, подводящая пар из выварной камеры ректификационной колонны *е—ж* для обогрева колонны окончательной очистки *о*; *43* — труба, подводящая пар для обогрева дополнительной колонны *л* от трубы *42*; *44* — труба, подводящая пар из выварной камеры ректификационной колонны *е—ж* для обогрева эвпорационной колонны *б*; *45* — водяная магистраль; *46* — труба, подводящая воду в холодильник *к* из водяной магистрали *45*; *47* — труба, подводящая воду в маслоотделитель *м* из водяной магистрали *45*; *48* — труба, отводящая воду из холодильника *к* в конденсатор *ц*; *49* — труба, подводящая воду через регулирующий клапан водяного регулятора *ч₁* в конденсатор *г* — отвечает от трубы *48*; *50* — труба, подводящая воду через регулирующий клапан водяного регулятора *ч₂* в конденсатор *х* — отвечает от трубы *48*; *51* — труба, передающая воду из конденсатора *х* в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е—ж*; *52* — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж*; *53* — труба, отводящая горячую воду из конденсатора *ц*; *54* — труба, передающая воду из конденсатора *г* в дефлегматор *в* эвпорационной колонны; *55* — труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *в*; *56* — труба, отводящая сынушную эмульсию из фонаря-смесителя в маслоотделитель *м*; *57* — труба, отводящая сынушное масло из маслоотделителя через фонарь *ф₆* в сборник сынушного масла; *58* — труба, отводящая люттерную воду из выварной камеры ректификационной колонны *е—ж* в подогреватель спирта *щ*; *59* — труба, отводящая люттерную воду из подогревателя спирта *щ* в сборник люттерной воды; *60* — труба, отводящая конденсат обогревающего пара колонны окончательной очистки *о*; *61* — труба, отводящая люттерную воду из выварной камеры дополнительной колонны *л* в сборник люттерной воды *п₂*; *62* — труба, питающая люттерной водой паровой насос *ш*; *63* — труба, отводящая люттерную воду из насоса *ш* в напорный резервуар *п*; *64* — труба, отводящая люттерную воду из напорного резервуара *п* в эвпорационную колонну *б* через наблюдательный фонарь *у₁*; *65* — труба, подводящая люттерную воду в фонарь-смеситель маслоотделителя *м* для образования сынушной эмульсии; *66* — труба, подводящая люттерную воду в концентрационную часть эвпорационной колонны, — отвечает от трубы *64*; *67* — переливная труба из напорного резервуара *п* в сборник люттерной воды *п₂*; *68* — труба, отводящая погон из аккумулятора *и* на верхнюю тарелку выварной части *ж* ректификационной колонны *е—ж*; *69* — труба, отводящая погон из дефлегматора *з* в колонну окончательной очистки *о*.

туре жидкости, кипящей в колонне, по которой судят о крепости спирта. Температуру эту показывают тальпотасиметры t , обычно устанавливаемые в паровом пространстве одной или двух нижележащих тарелок.

Хвостовые примеси с 2, 3 и 5-й нижних тарелок концентрационной части отводятся по трубе 23 через фонарь y_1 в дополнительную колонну $л$. В эту же колонну по трубе 26 через второй фонарь y_2 поступают и промежуточные примеси с 11 и 13-й тарелок той же части эпорационной колонны.

Спиртовые пары, насыщенные головными примесями, отводятся по трубе 5 в дефлегматор $в$ эпорационной колонны. Здесь они частично сгущаются и по трубе 11 возвращаются на верхнюю тарелку концентрационной части эпорационной колонны. Несгустившиеся пары входят по трубе 6 в нижнюю часть колонны $д$ для концентрации эфиров и альдегидов. Здесь, пройдя 3 тарелки, они отводятся внутренней трубой в конденсатор $г$ и, окончательно сгустившись, выходят через наблюдательный фонарь y_3 . Несгустившиеся газы и воздух отводятся по воздушной трубе 36 в атмосферу.

Головные же примеси под названием эфиров и альдегидов отводятся по трубе 19 в холодильник $к$, а из него по трубе 20 — в фонарь $фз$ и в спиртоприемник. Эфиры и альдегиды отбираются в ограниченном количестве. Избыток конденсата отводится из этого наблюдательного фонаря y_3 по U-образной трубе на верхнюю тарелку колонны $д$. Пройдя по тарелкам, он по трубе 12, соединяющейся с трубой 11, поступает на верхнюю тарелку концентрационной части эпорационной колонны $б$.

Установка небольшой концентрационной колонны $д$ под конденсатором $г$ обеспечивает большую концентрацию эфиров и альдегидов и нормальную их крепость.

Ректификационная колонна. Ректификационная колонна состоит из выварной отгонной части $ж$, аккумулятора $и$ и концентрационной части $е$.

Концентрационную часть $е$ с аккумулятором иногда ставят на отдельном постаменте, а выварную часть $ж$ — рядом с аккумулятором $и$. Такое расположение частей ректификационной колонны Гильом применял при аккумуляторе большой емкости. С введением нового типа тарелок, так называемых туннельных, значительно сократился объем аккумулятора, и все части расположились (см. рис. 28) внутри ректификационной колонны.

Выварная часть колонны имеет 14 выварных тарелок и выварную камеру, в которую по трубе 40 поступает через паровой регулятор p пар, а по трубе 41 передается из ректификационной колонны $е$ — $ж$ давление на воду в нижнем резервуаре парового регулятора p . Вода из выварной части $ж$, получившаяся из ректифицируемого спирта и от сконденсировавшегося пара, и свободная от следов спирта люттерная вода трубой 58, имеющей U-образную

форму с глубиной колена в 3 м, отводится в подогреватель спирта *щ*. Верхний конец трубы 58 присоединяется через тройник к штуцеру, установленному в паровом пространстве выварной камеры, а затем через кран, стоящий в самом верху трубы 58, соединяется с трубой 31, по которой пар из лоттерной воды поступает в холодильник *к*. Конденсат, образовавшийся в холодильнике *к*, по трубе 33 отводится в фонарь *ф₂* для контроля на отсутствие в нем спирта, а затем направляется в канализацию.

Из парового пространства выварной камеры по трубе 42 отводится также пар постоянного низкого давления для обогрева колонны окончательной очистки *о*. Труба 42 имеет ответвление 43, по которому идет пар для обогрева дополнительной колонны *л*. По трубе же 44 пар из парового пространства выварной камеры отводится в эпорационную колонну. На верхнюю тарелку выварной части *ж* ректификационной колонны по трубе 29 из эпорационной колонны *б* поступает эпорат, а по трубе 68 — погон из аккумулятора *и*.

Спиртовые пары из выварной части *ж* идут по внутренней трубе (на рис. 28 обозначена пунктиром) под колпак в аккумулятор *и*, представляющий собой цилиндрический сосуд, поставленный на выварную часть *ж* колонны и отделенный от нее сферическим днищем, в центре которого проходит труба с укрепленным над ней колпаком.

Сверху аккумулятора *и* ставят концентрационную часть *е* ректификационной колонны. При этом сливная труба 1-й снизу тарелки немного не доходит до дна аккумулятора *и*. Погон из ректификационной колонны поступает вниз аккумулятора, перемешивает содержимое его и по переливной трубе 68 идет на верхнюю тарелку выварной части *ж*. Для полного освобождения аккумулятора от жидкости устроен спускной кран, соединенный с трубой 68. Около дна аккумулятора имеется большая регарда, а иногда даже и люк для ремонта аккумулятора без разбора всей колонны, стоящей на нем. Концентрационная часть ректификационной колонны состоит из 48 тарелок и получает спиртовый пар из аккумулятора *и*. Со 2, 3, 4-й, а иногда и с 5-й нижних тарелок концентрационной части колонны по трубе 24 отводятся в виде горячей жидкости хвостовые примеси. Они направляются через наблюдательный фонарь *у₂* в дополнительную колонну *л*. В паровом пространстве 1-й тарелки снизу установлен тальпотасиметр *г*.

Непосредственно на концентрационной части *е* стоит дефлегматор *з*, устроенный по принципу новых дефлегматоров с вертикальными водяными трубками, развальцованными одним концом в верхней трубной решетке и другим (нижним) — в решетке, закрывающей нижнюю водяную камеру. Диаметр нижней водяной камеры меньше диаметра концентрационной части *е*, и спиртовые пары поднимаются между стенками кожуха дефлегматора и нижней водяной камеры в межтрубное пространство дефлегматора *з*,

не имеющее перегородок. Спиртовые пары, поднимаясь снизу, встречаются с охлаждающими поверхностями, конденсируются и стекают по трубам в спиртовую камеру, которая расположена на трубной решетке нижней водяной камеры. Отсюда часть погона отбирается по трубе 69 для питания колонны окончательной очистки о. Остальной погон стекает на верхнюю тарелку концентрационной части ректификационной колонны.

Иногда весь погон пропускают на верхнюю тарелку, и уже с нее часть погона отводят по трубе 69 в колонну о. Несгустившиеся спиртовые пары в строго определенном количестве отводятся по трубе 7 в конденсатор-холодильник ц. При входе в холодильник ставят кран для регулирования впуска спиртового пара. Конденсатор ц является в то же время и конденсатором-дефлегматором дополнительной колонны л.

В аппаратах Гильома кроме дефлегматора з при ректификационной колонне иногда ставят отдельный конденсатор-холодильник с небольшой охлаждающей поверхностью, где окончательно сгущаются остатки спиртового пара. Полученный конденсат частично направляется для вторичной переработки в эпорационную колонну. Большая же часть его вводится в середину дефлегматора з, в межтрубное пространство, навстречу поднимающимся там спиртовым парам.

Колонна окончательной очистки. Колонна о (рис. 28) предназначена для окончательного удаления эфиров и является эпоратором высокой крепости. По своему устройству она напоминает эпорационную колонну, главным образом ее выварную часть. Так как из выварной камеры этой колонны отбирают ректификат I сорта, то обогрев ее производят не открытым паром, конденсат которого понизил бы крепость спирта, а глухим паром, обычно циркулирующим в змеевике или в межтрубном пространстве трубчатки. В колонне окончательной очистки аппаратов Гильома ставят разное количество тарелок: выварных 15, а концентрационных 8 (отсутствие концентрационных тарелок затрудняет полную очистку спирта от эфиров). Выгоднее всего ставить 8—10 концентрационных и 15 или даже 20 выварных тарелок.

Нижняя царга колонны о имеет выварную камеру, где помещается обогревающий змеевик или трубчатка, питаемые паром, идущим по трубе 42. Образовавшийся конденсат отводится через конденсационный горшок по трубе 60 в резервуар п₂ для конденсационной воды. Окончательно очищенный спирт из этой камеры поступает по трубе 21 в холодильник к, отсюда по трубе 22 — в фонарь ф₁, а из него — в контрольный снаряд и спиртосприемник (последние на рис. 28 не изображены). Паровое пространство выварной камеры колонны о снабжено водяным манометром с, по показаниям которого регулируют выпуск пара в колонну окончательной очистки.

Богатые эфирами спиртовые пары, выделяющиеся в колонне

окончательной очистки, отводятся по внутренней трубе в дефлегматор-конденсатор *х*, стоящий на этой колонне *о*.

В дефлегматоре-конденсаторе *х* спиртовые пары сгущаются и через наблюдательный фонарь *у₄* отводятся по трубе *14* в эпорационную колонну *б* в строго определенном количестве в зависимости от качества получаемого ректификата. Весь избыток конденсата возвращается по трубе *13* на верхнюю тарелку колонны окончательной очистки *о*. Несгустившиеся газы и воздух из наблюдательного фонаря *у₄* отводятся по трубе *35* в атмосферу. Колонну *о* обычно ставят на дополнительной колонне *л*, и по наружному виду она как бы составляет с ней одно целое. В действительности же обе колонны работают независимо одна от другой и разделены глущим днищем.

Дополнительная колонна. Дополнительную колонну устанавливают с целью усиления концентрации промежуточных и хвостовых примесей спирта-сырца. Она является своего рода ректификационной колонной малого диаметра и потому так же, как и ректификационная колонна, состоит из выварной части, аккумулятора и концентрационной части. Ввиду того, что примесей перерабатывается немного, не более 5—6% от ректификуемого спирта-сырца, эта колонна имеет малый диаметр и специальные «сдвоенные» тарелки, состоящие из наружных и внутренних тарелок. Поднимающийся снизу пар проходит через все тарелки последовательно, а питающий тарелки погон течет параллельно, разделяясь на два потока, из которых один течет только по внутренним, а второй только по наружным тарелкам.

Выварная часть дополнительной колонны *л* имеет *14*, а иногда только *12* тарелок. На верхнюю тарелку выварной части поступают хвостовые примеси через фонарь *у₂* по трубе *24* из ректификационной колонны *е* — *ж* и промежуточные примеси по трубе *26* из эпорационной колонны. Хвостовые примеси из эпорационной колонны *б* по трубе *23* направляются через наблюдательный фонарь *у₁* вниз аккумулятора колонны *л*.

Нижняя часть колонны *л* имеет выварную камеру. По трубе *43*, отвечающей от трубы *42*, из выварной камеры выварной части *ж* ректификационной колонны вводится пар для обогрева дополнительной колонны. Люттерная вода отводится по трубе *61*, имеющей два боковых штуцера. Через нижний штуцер отводится люттерная вода, верхний же штуцер соединен с паровым пространством выварной камеры. На верхнем конце трубы *61* имеется кран, который соединяет трубу *61* с трубой *32*, подводящей пар из выварной камеры в холодильник *к*. Из него по трубе *34* в фонарь *ф₄* поступает пропар — конденсат. Содержание спирта в пропаре строго контролируют. Его не должно здесь быть больше 0,018%, но надо стремиться к тому, чтобы количество его было еще меньше. Труба *61* имеет внизу U-образное колено, являющееся гидравлическим затвором (глубиной 2,5 м), препятствующим выходу па-

ра, из выварной камеры колонны *л*. Второй конец трубы 61 присоединен к резервуару *н*₂ для конденсационной воды. В паровом пространстве выварной камеры колонны *л* установлен водяной манометр *с*.

Из выварной части колонны *л* с 9, 10 и 11-й тарелок по трубе 25 отбираются сивушные масла. Жидкость, богатая сивушными маслами, содержит также спирт, поэтому она отводится в маслоотделитель. В маслоотделителе сивушное масло, всплывающее вверх, отделяется от спирта и воды. Нижний слой, представляющий слабую спиртовую жидкость, по трубе 30 возвращается в выварную часть колонны *л* на 4 или 5-ю тарелку снизу для извлечения из него спирта и примесей. В паровом пространстве 8-й тарелки, считая снизу колонны, установлен тальпотасиметр *т*. Руководствуясь показываемой тальпотасиметром температурой, приступают к отбору сивушной жидкости, если она отбирается периодически, как это делают при работе на аппарате небольшой производительности.

Аккумулятор колонны имеет такое же устройство, как и в ректификационной колонне *е* — *ж*, с той только разницей, что переливная и спускная трубы не всегда помещаются снаружи (на рис. 28 они не показаны, так как помещаются внутри). Ввиду того что колонна состоит из сдвоенных тарелок, ставят две сливные трубки. Непосредственно на аккумулятор помещают концентрационную часть добавочной колонны *л*.

Концентрационная часть колонны *л* имеет от 23 до 27 тарелок, при этом с 7 и 8-й тарелок снизу промежуточные примеси по трубе 27 отбираются в холодильник *к*; из него по трубе 28 они поступают в фонарь *ф*₅ и в приемник. Приемником в данном случае является приемник эфиров, так как и промежуточные примеси и эфиры употребляются для горения в денатурированном виде.

Для того чтобы достигнуть полной концентрации сивушного масла и промежуточных примесей, выше тарелок отбора промежуточных примесей ставят значительное количество концентрационных тарелок, применяя систему сдвоенных тарелок.

В аппарате, показанном на рис. 28, имеется 19 наружных и 19 внутренних тарелок. Они пропускают последовательно весь поднимающийся снизу спиртовый пар, так что он проходит через 38 тарелок и сильно концентрируется. Питающий тарелки погон идет по ним сверху вниз, и так как он стекает двумя параллельными потоками по внутренним и наружным сливным трубкам тарелок, то он проходит только 19 тарелок. Спиртовые пары, поднявшись до верхней крышки колонны, направляются по трубе 10 в дефлегматор-конденсатор *ц* дополнительной колонны *л*.

Дополнительную колонну *л* не снабжают отдельно стоящим дефлегматором, и все спиртовые пары, поступающие в дефлегматор-конденсатор, должны целиком сгущаться и уходить через наблюдательный фонарь *у*₅. При этом следует иметь в виду, что

в этот же дефлегматор-конденсатор 4 поступают по трубе 7 с крапом на ней спиртовые пары из дефлегматора 3 ректификационной колонны.

Из наблюдательного фонаря 15 конденсат отводится по трубе 15 на верхнюю распределительную тарелку для разделения погона между наружной и внутренней тарелками концентрационной части колонны 4. Труба 15 имеет ответвление 16, по которому часть конденсата поступает на переработку в элюционную колонну 6. Несгустившиеся газы и воздух отводятся из наблюдательного фонаря 15 по трубе 37 в атмосферу. Воздушные трубы 35 и 36 соединены с трубой 37. При помощи этой трубы подводятся газы и воздух в змеевик, помещенный в водяном баке. В этом змеевике сгущается остаток паров спирта в газах и воздухе, после чего их выпускают в атмосферу.

Во всех колоннах, выварных камерах и в паровом регуляторе на нижнем его резервуаре ставят автоматические клапаны для впуска воздуха в целях предохранения аппарата от сплющивания и смятия в случае образования вакуума.

Маслоотделитель. Маслоотделитель Гильома состоит из смесителя, отстойного сосуда и холодильника для концентрированного сивушного масла. Холодильник устраивают в верхней части отстойного сосуда; он представляет собой змеевик, по которому циркулирует холодная вода.

В смеситель по трубе 25 поступает сивушная жидкость, а по трубе 65 — люттерная вода. Отделение сивушного масла от спирта и воды происходит в маслоотделителе аппарата Гильома при температуре 70—80°.

Получившаяся после смешения эмульсия отводится по трубе 56 в нижнюю часть отстойного сосуда, который представляет собой небольшой цилиндр со сферической крышкой и дном. Около дна устроен кран для опорожнения сосуда от слабой спиртовой жидкости. Выше помещается штуцер, через который поступает эмульсия, а еще выше — штуцер для автоматического отвода в колонну 4 нижнего слоя слабой спиртовой жидкости. Оба отводных штуцера соединены в одну трубу 30. Верхний штуцер находится посредине зрительного стекла для наблюдения за расслаиванием эмульсии. Сток нижнего слоя слабой спиртовой жидкости через верхний штуцер регулируют краном соответственно уровню слоев. Накапливающееся в отстойнике промытое концентрированное сивушное масло поднимается в самую верхнюю часть его, проходит через змеевик, охлаждается водой и через фонарь 15 по трубе 57 отводится в свой приемник.

Холодильник сивушного масла часто ставят отдельно от отстойного сосуда. В этом случае сивушное масло циркулирует по змеевику холодильника. Вода для охлаждения поступает в кожух холодильника внизу, а уходит вверх.

Путь спирта в аппарате. Спирт, подлежащий ректификации, насосом $ш_2$ подается по трубе 1 в напорный спиртовый резервуар a , отсюда по трубе 2 — в регулятор напора спирта $к$, из него по трубе 3 — в подогреватель спирта $щ$ и далее по трубе 4 в эпорационную колонну $б$.

В подогреватель спирта $щ$ по трубе 58 поступает кипящая лотерная вода. По трубе 59 она уходит в резервуар для конденсационной воды $п_2$. Отсюда по трубе 62 паровым насосом $ш_1$ конденсационная вода непрерывно подается по трубе 63 в резервуар для конденсационной воды $л$, стоящий рядом с напорным резервуаром спирта a . Вода из резервуара $л$ по трубе 64 направляется в наблюдательный фонарь $у$ при верхней тарелке выварной части эпорационной колонны, а по трубе 66 — в концентрационную часть эпорационной колонны $б$. Продолжением трубы 64 за наблюдательным фонарем $у$ является труба 65, подводящая воду в смеситель маслоотделителя $м$. Излишек воды из резервуара $л$ переливной трубой 67 отводится в резервуар $п_2$. При таком устройстве отбора воды из резервуара невозможно расходовать воду на нужды завода без нарушения нормального режима аппарата. Во избежание этого следует ставить регулятор напора конденсационной воды, подобный регулятору напора спирта $к$. При наличии регулятора напора конденсационной воды можно остановить паровой насос $ш_1$ для текущего ремонта, но на непродолжительное время — пока не израсходуется $\frac{3}{4}$ емкости резервуара $л$.

Путь холодной воды в аппарате. Вода из напорного бака через регулятор напора поступает по трубе 45 в тройник. От одного из концов тройника идет труба 46 в центральный холодильник $к$, а от другого конца — труба 47 к холодильнику маслоотделителя $м$. Вода из холодильника $к$ отводится по трубе 48. На этой трубе имеется крестовина, по боковым ветвям которой вода подводится к водяным регуляторам $ч_1$ и $ч_2$. Прямой отвод подводит воду по трубе 53 через регулирующий кран к дефлегматору-конденсатору $з$.

Водяной регулятор Гильома действует, как водяной манометр, но имеет иное расположение резервуаров вследствие небольшого давления, в пределах которого происходит регулирование. Давление на воду в нижних резервуарах передается спиртовым паром из дефлегматоров. В нижний резервуар водяного регулятора $ч_1$ давление пара подается по трубе 8 из дефлегматора $з$ эпорационной колонны $б$. Вода подводится к регулиющему дроссельному клапану по трубе 49 и поступает из него в конденсатор-холодильник $г$. Отсюда по трубе 54 она направляется в дефлегматор $в$, а из него выходит по трубе 55. Образовавшийся в нижнем резервуаре водяного регулятора $ч_1$ конденсат отводится по трубе 17 в выварную часть эпорационной колонны $б$.

Давление в нижний резервуар водяного регулятора $ч_2$ передается по трубе 9 из дефлегматора $з$ ректификационной колонны, а образовавшийся в нем конденсат отводится по трубе 18, соеди-

ненной с трубой 17, в выварную часть эспирационной колонны б. Вода к регулятору подводится по трубе 50 и направляется в конденсатор х. Труба 50 имеет тройник, к которому присоединена воздушная труба 38. Вода из дефлегматора-конденсатора х отводится по трубе 51 в дефлегматор з ректификационной колонны, а из него уходит по трубе 52. Отходящая из дефлегматоров з и в по трубкам 52 и 55 вода имеет в среднем температуру 60—70°. Она собирается в сборник горячей воды, расходуемой на нужды завода.

Аппарат Гильома, несмотря на кажущуюся его сложность, обилие колонн и труб, работает очень четко и, раз налаженный, не дает перебоев и не требует частой регулировки.

Первоначальная регулировка аппарата Гильома значительно сложнее, чем у аппарата Барбе. Плохо отрегулированный аппарат Гильома дает и плохое качество спирта, а главное, большой перерасход пара и воды. Это объясняется увеличенным против нормального количеством спирта, направляемого из дефлегматоров-конденсаторов ц и х на вторичную переработку, а также излишним впуском пара в ректификационную колонну вследствие малой крепости эспирата, что в конечном итоге повышает и расход воды.

Гильом, так же как и Барбе, не ограничился разработкой схемы устройства и работы аппарата, — он дал также свою конструкцию тарелок для колонны.

Туннельная тарелка. В целях придания тарелке жесткости Гильом сообщает ей форму шарового сегмента высотой 15—20 мм независимо от ее диаметра. На тарелку ставят паровые патрубки, накрываемые прямоугольными колпаками («корытами») с треугольными зубьями на нижней кромке. Вследствие шаровой поверхности тарелки паровые патрубки имеют разную высоту, однако верхние их части образуют строго горизонтальную плоскость. Прямоугольные колпаки прикрепляют к тарелке на разной высоте от дна с таким расчетом, чтобы их верхние днища были в строго горизонтальном положении. Высота слоя жидкости на тарелке у стенки колонны составляет: в ректификационной колонне 55 мм, а в эспирационной — 45—50 мм. Высота вырезов в прямоугольных колпаках обычно равна 15—17 мм.

При такой системе применение особенно высоких давлений внутри аппарата невозможно. Нормальным давлением здесь является 1600—1800 мм вод. ст. При увеличении давления до 2200 мм правильная работа аппарата нарушается. Вследствие большого переброса жидкости с тарелки на тарелку крепость получаемого спирта понижается, и качество ухудшается.

Расчет тарелки ведут обычным методом — по скорости движения пара через прорезы колпаков.

Дефлегматор. Во всех колоннах, кроме ректификационной, Гильом применяет обыкновенные трубчатые дефлегматоры. Оригинальный дефлегматор Гильома ставят всегда на колонну, и спир-

товые пары с верхней тарелки ректификационной колонны поступают в межтрубное пространство по кольцевому пространству, образованному нижней водяной камерой. Спиртовые пары выводятся из дефлегматора вверх. Охлаждающая вода вводится в верхнюю водяную камеру, а отводится из нижней водяной камеры с коленом кверху для полного заполнения трубок водой.

За дефлегматором ректификационной колонны часто ставят конденсатор ректификационной колонны с небольшой поверхностью охлаждения. В этом случае излишек конденсата возвращается не на верхнюю тарелку ректификационной колонны, а в межтрубное пространство дефлегматора, в середину его, в спиртовые пары, где конденсат нагревается и испаряется вторично, т. е. происходит процесс ректификации. Так как дефлегматор ректификационной колонны построен на принципе противотока, спиртовые пары поднимаются навстречу стекающему погону (флегме, конденсату).

Паровой регулятор. Гильом применяет в аппаратах своей конструкции паровой регулятор типа Савалля, но с некоторыми изменениями. Нижний резервуар регулятора он делает невысоким. Для того чтобы иметь возможность регулировать в широких пределах давление внутри колонны, ко дну нижнего резервуара регулятора привертывают узкий цилиндрический сосуд с трубой, по которой поступает вода для передачи давления из нижнего резервуара в верхний. В паровом регуляторе Гильома нельзя менять давление с помощью изменения уровня воды в нижнем резервуаре. Поэтому Гильом сделал так, чтобы верхний резервуар можно было точно, быстро и удобно передвигать по штангам, на которых он стоит. Штанги имеют винтовую прямоугольную (ленточную) резьбу, накрученные гайки служат опорой для лап верхнего резервуара. Наружные края гаек представляют собой цепные блоки, на которые надета шарнирная цепь (велосипедная цепь Галля). К одной из гаек приделан маховичок для поворачивания ее. Таким образом при вращении одной гайки вращаются и все остальные, и верхний резервуар поднимается или опускается на нужную высоту. Поэтому рабочее давление регулятора может быть легко установлено совершенно точно, сообразно действию аппарата во время его работы. В качестве регулирующего вентиля Гильом применяет дроссельный клапан. Описанный регулятор действует исправно и удобен для работы.

Водяной регулятор. Гильом значительно усовершенствовал водяной регулятор Савалля, придав его работе плавность и тем самым обеспечив надежность действия.

Водяной регулятор Гильома состоит из двух резервуаров (рис. 29), расположенных рядом, но так, что все же один стоит выше другого. Пределы регулирования давления этим регулятором значительно меньше (на 1300—1500 мм), чем паровым регулятором.

Нижний резервуар *a* имеет грушевидную форму. В верхней его

крышке сделан штуцер, через который по трубе 1 передается давление из середины дефлегматора в водяной регулятор, регулирующий впуск воды в этот дефлегматор. На боковой стенке имеется труба 2, отводящая излишек жидкости на переработку в эшора.

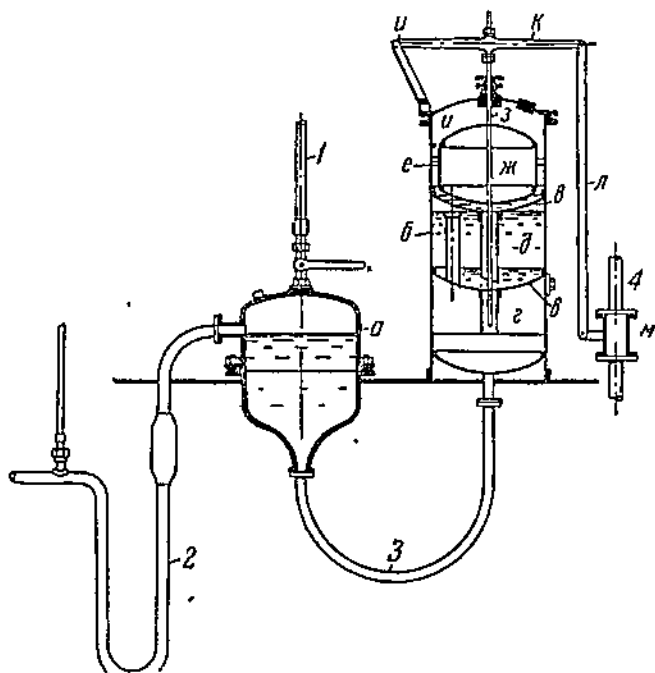


Рис. 29. Водяной регулятор Гильома: а — нижний резервуар; б — верхний резервуар; в — внутренние днища верхнего резервуара; г, д, е — камеры верхнего резервуара с центрально расположенными в днищах в трубами; ж — поплавок; з — стержень поплавка; и — опора для рычага; к — рычаг; л — тяга; м — регулирующий дроссельный клапан; 1 — труба, передающая давление из дефлегматора; 2 — труба, отводящая образовавшийся конденсат из резервуара а; 3 — труба, по которой передается вода из резервуара а в резервуар б; 4 — трубопровод воды, между фланцами которого ставится регулирующий дроссельный клапан.

ционную колонну. В дне сосуда есть штуцер, соединенный с трубой 3, по которой вода из резервуара а поступает во второй резервуар б, разделенный двумя внутренними днищами в с центрально расположенными в них трубами на три камеры г, д и е. Камера г является сообщающимся сосудом с резервуаром а, в который передается давление для регулирования впуска воды. Камера д фактически является нижним резервуаром регулятора, подающим воду

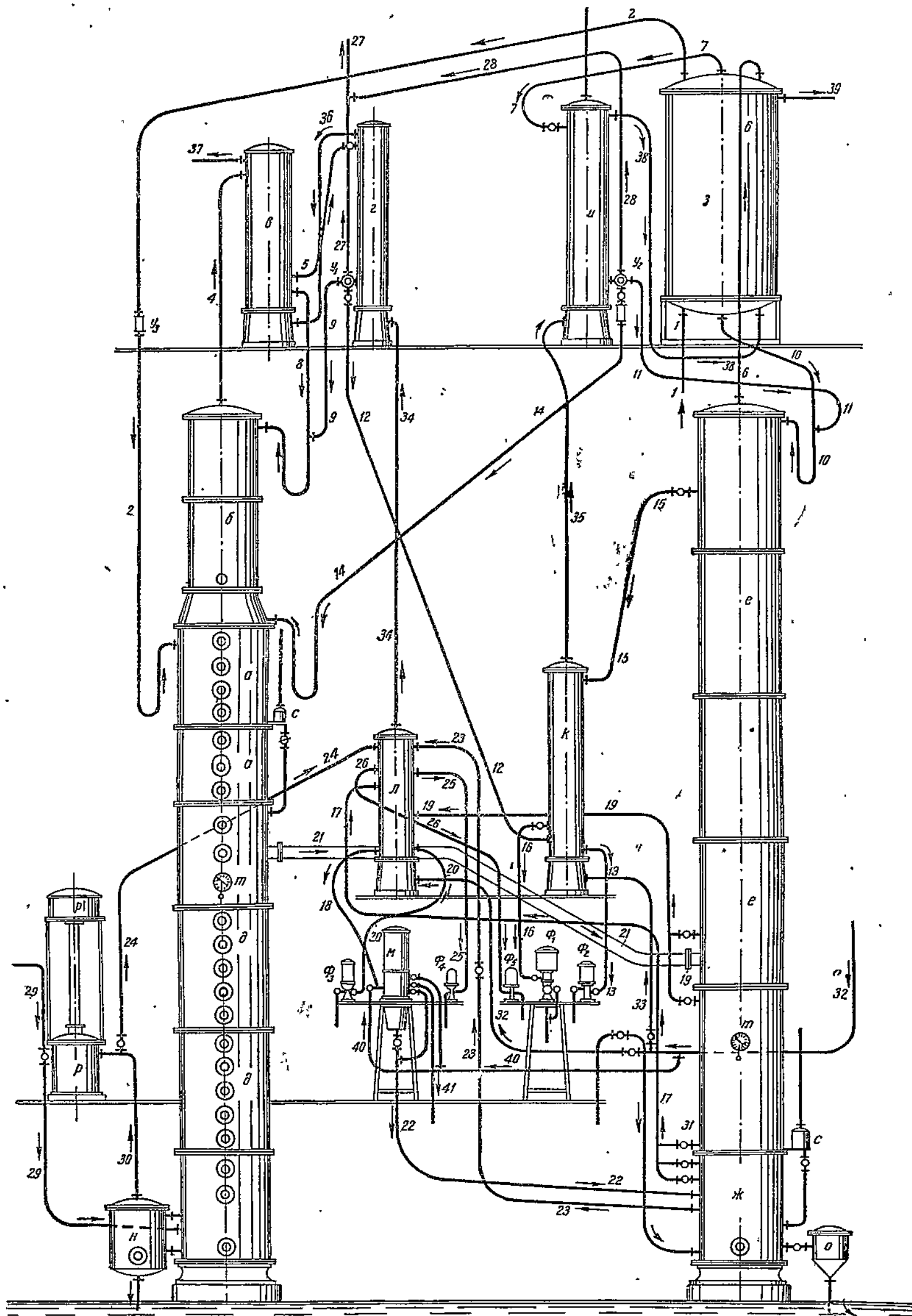


Рис. 30. Непрерывно действующий брагоректификационный аппарат Барбе: *а*—выварная часть эспирационной колонны; *б*—концентрационная часть эспирационной колонны *а—б*; *в*—дефлегматор эспирационной колонны *а—б*; *г*—конденсатор эспирационной колонны *а—б*; *д*—бражная колонна; *е*—концентрационная часть ректификационной колонны; *ж*—выварная часть ректификационной колонны; *з*—дефлегматор ректификационной колонны *е—ж*; *и*—конденсатор ректификационной колонны *е—ж*; *к*—холодильник для ректификата I сорта; *л*—холодильник для сивушного спирта, сивушного масла и пробных конденсатов; *м*—маслоотделитель; *н*—регулятор барды; *о*—автомат для отвода люттерной воды; *р*—паровой регулятор; *с*—водяные манометры (указатели давления) эспирационной *а—б* и ректификационной *е—ж* колонн; *т*—тампотасиметры; *у₁*—фонарь-делитель для конденсатора *г* эспирационной колонны *а—б*; *у₂*—фонарь-делитель для конденсатора *и* ректификационной колонны *е—ж*; *у₃*—наблюдательный фонарь бражки, поступающей в бражную колонну *д*; *ф₁*—фонарь для спирта ректификата I сорта; *ф₂*—фонарь для эфиров и альдегидов; *ф₃*—фонарь для крепкого сивушного спирта; *ф₄*—фонарь для конденсата бражной колонны *д*; *ф₅*—фонарь для конденсата ректификационной колонны *е—ж*; *1*—бражная труба от бражного насоса в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е—ж*; *2*—бражная труба из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж*; *3*—труба для отвода барды из регулятора барды *н*; *4*—труба спиртового пара из эспирационной колонны *а—б* в дефлегматор *в*; *5*—труба спиртового пара из дефлегматора *в* в конденсатор *г*; *6*—труба спиртового пара из ректификационной колонны *е—ж* в дефлегматор *з*; *7*—труба спиртового пара из дефлегматора *з* в конденсатор *и*; *8*—труба, отводящая погон из дефлегматора *в* в эспирационную колонну *а—б*; *9*—труба, отводящая излишек погона в эспирационную колонну *а—б* через трубу *8* из фонаря-делителя *у₁* после отбора эфиров; *10*—труба, отводящая погон из дефлегматора *з* в ректификационную колонну *е—ж*; *11*—труба, отводящая излишек погона в ректификационную колонну *е—ж* через трубу *10* из фонаря-делителя *у₂* после отбора неастиризована в эспирационную колонну; *12*—труба, отводящая из фонаря делителя *у* эфиры в холодильник *к*; *13*—труба, отводящая эфиры из холодильника *к* в фонарь *ф₁*; *14*—труба, отводящая неастиризованный спирт из фонаря-делителя *у₂* в эспирационную колонну *а—б*; *15*—труба, отводящая спирт ректификат I сорта из ректификационной колонны *е—ж* в холо-

дильник *к*; *16*—труба, отводящая спирт ректификат I сорта из холодильника *к* в фонарь *ф₁*; *17*—труба, отводящая спиртовой пар, содержащий много сивушного масла, в холодильник *л*; *18*—труба, отводящая из холодильника *л* спиртовую жидкость с сивушным маслом в маслоотделитель *м*; *19*—труба, отводящая пар крепкого сивушного спирта из ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *л*; *20*—труба, отводящая крепкий сивушный спирт из холодильника *л* в фонарь *ф₁*; *21*—труба, отводящая эспириванный спиртовой пар из бражной колонны *д* в ректификационную колонку *е—ж*; *22*—труба, отводящая спиртовую жидкость из маслоотделителя *м* обратно в выварную часть *ж* ректификационной колонны *е—ж*; *23*—труба, отводящая пар с нижней тарелки выварной части *ж* ректификационной колонны *е—ж* в холодильник *л*; *24*—труба, отводящая пар из регулятора барды *н* в холодильник *л*; *25*—труба, отводящая конденсат, образовавшийся от охлаждения пара люттерной воды, из холодильника *л* в фонарь *ф₁* для определения потерь спирта в люттерной воде; *26*—труба, отводящая конденсат из паров барды—из холодильника *л* в фонарь *ф₁*; *27*—труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из фонаря-делителя *у₁* конденсатора *г*; *28*—труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из фонаря-делителя *у₂* конденсатора *и*; *29*—труба, подводящая пар от регулирующего клапана парового регулятора *р* в выварную камеру бражной колонны *д*; *30*—труба, передающая давление в регулятор пара *р* из регулятора барды *н*; *31*—труба, подводящая пар для обогрева ректификационной колонны *е—ж*; *32*—магистральный трубопровод воды, вводящий воду в холодильник *л*; *33*—труба, подводящая воду в холодильник *к* от магистрального трубопровода воды *32*; *34*—труба, подводящая воду из холодильника *л* в конденсатор *г* эспирационной колонны *а—б*; *35*—труба, подводящая воду из холодильника *к* в конденсатор *и* ректификационной колонны *е—ж*; *36*—труба, передающая воду из конденсатора *г* в дефлегматор *в* эспирационной колонны *а—б*; *37*—труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *в* эспирационной колонны *а—б*; *38*—труба, передающая воду из конденсатора *и* в дефлегматор *з* ректификационной колонны *е—ж*; *39*—труба, отводящая горячую воду из дефлегматора *з* ректификационной колонны *е—ж*; *40*—труба, подводящая воду в маслоотделитель *м* от магистрального трубопровода воды *32*; *41*—труба, отводящая сивушное масло из маслоотделителя *м*.

в верхний резервуар, каковым является камера *е* с плавающим в ней поплавком *жс*. Поплавок *жс* связан со стержнем *з*, передающим движение рычагу *к*. Стержень *з* проходит через всю высоту поплавка и через камеру *д*; часть стержня проходит в трубе, соединяющей камеры *д* и *г*, а верхняя его часть проходит через камеру *е* и сальник, стоящий на крышке ее, и соединяется рычагом *к*. Стержень *з* делают длинным для лучшей устойчивости поплавка *жс*.

Вода из резервуара *а* поступает через трубу *з* в камеру *г*, а из нее по центральной трубе — в камеру *д* и одновременно в камеру *е* по ее центральной трубе. В камере *е* имеется боковая пропускная труба, поддерживающая определенный уровень жидкости и выпускающая излишек жидкости в камеру *г*. Поднятие и опускание поплавка стержнем *з* передается рычагами *к* и *л*, связанными с дроссельным клапаном *м*, стоящим в трубе *4*, по которой поступает вода в конденсатор, а уже из него — в дефлегматор.

Остальные детали и части аппарата Гильома ничем не отличаются от обычно применяемых, поэтому подробного описания их мы не приводим.

III. НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИЕ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫЕ АППАРАТЫ ПРЯМОГО ДЕЙСТВИЯ

1. Аппарат Барбе прямого действия

В России первым аппаратом, давшим ректификат непосредственно из бражки, был аппарат Барбе, получивший широкое распространение: к 1914 г. у нас было установлено уже около 50 аппаратов этой конструкции.

Брагоректификационный аппарат Барбе относится к типу аппаратов прямого действия (рис. 30). Эпюрационная его колонна состоит из двух частей: выварной *а* для удаления головных примесей из бражки и концентрационной *б*. Так как бражка содержит не более 10—11% спирта по объему, то для полного удаления головных примесей достаточно 7—8 тарелок, приспособленных специально для перегонки бражки (паровые пространства их имеют регарды). В концентрационной части *б* концентрируются головные примеси, как и в непрерывно действующем ректификационном аппарате.

Под выварной камерой эпюрационной колонны стоит собственно бражная колонна *д* для окончательной выварки из бражки спирта и хвостовых его примесей. Из выварной камеры эпюрационной колонны бражка, освобожденная от головных примесей, стекает по длинной сливной трубке в бражную колонну *д*, на ее верхнюю тарелку. В бражной колонне, стекая с тарелки на тарелку по сливным трубкам, бражка окончательно освобождается от спирта и хвостовых примесей и уже в виде барды уходит в регулятор барды *н*. Спиртовые пары без головных примесей, так называемые эпюрированные спиртовые пары, отводятся из бражной колонны *д*

главным образом по трубе 21 в паровое пространство верхней тарелки выварной части *ж* ректификационной колонны. Только небольшая часть эспорированного спиртового пара направляется из бражной колонны *д* по внутренней трубе с дроссельным клапаном в ней (ручка от клапана выходит наружу колонны) в выварную камеру выварной части эспорационной колонны *а* для обогрева ее и отгона головных примесей.

Таким образом в брагоректификационном аппарате, как и в непрерывно действующем ректификационном аппарате, головные примеси получаются из эспорационной колонны, а вместо жидкого кипящего эспората в ректификационную колонну поступает из бражной колонны *д* эспорированный спиртовый пар.

Дальнейшее получение ректифицированного спирта, промежуточных и хвостовых примесей происходит здесь так же, как и при непрерывной ректификации.

Бражная колонна *д* питает спиртовым паром концентрационную часть *е* ректификационной колонны. Давление в выварной камере бражной колонны равно сумме давлений обеих колонн *д* и *е* плюс давление дефлегматора *з*. Поэтому паровым регулятором *р* снабжают не выварную камеру выварной части *ж* ректификационной колонны, а бражную колонну *д*, потребляющую почти весь пар на перегонку и ректификацию. Назначение выварной части *ж* ректификационной колонны — только выварить весь спирт и хвостовые примеси из погона концентрационной части *е* ректификационной колонны. На это затрачивается очень мало пара; поэтому выпуск пара производится здесь вручную, путем регулирования вентиля на трубе 31. В паровом же пространстве выварной камеры выварной части *ж* ректификационной колонны ставят водяной манометр *с* (указатель давления).

Выпуск люгтерной воды из выварной части ректификационной колонны производится через отводчик *о* (автомат), устроенный аналогично регулятору барды.

В паровой регулятор *р* давление передается из выварной камеры бражной колонны *д* через регулятор барды, от крышки которого идет труба 30, подающая давление в нижний резервуар регулятора. На трубе 30 имеется штуцер с краном; от него идет труба 24, передающая пар из барды в холодильник *л*. Отсюда по трубе 26 идет погон в фонарь *ф*, где и определяется спиртомером-волчком содержание спирта в барде.

Над ректификационной колонной установлен дефлегматор типа Боме, с охлаждением не только водой, но и бражкой, поступающей в аппарат для перегонки.

Как в бражной колонне, так и в выварной части *а* эспорационной колонны устанавливают бражные тарелки двойной выварки.

В остальном описываемый брагоректификационный аппарат не отличается от непрерывно действующего ректификационного аппарата Барбе.

Получаемый с брагоректификационного аппарата спирт иногда обладает плохим запахом и вкусом, на что обратил внимание проф. А. П. Ситников¹, указавший и причины их. Французский инженер-химик Марилле² также считает, что на брагоректификационном аппарате прямого действия невозможно получить ректификованный спирт отличного качества. Получению спирта хорошего качества препятствует этерификация бражки с погонями ректификационной колонны. Кроме того, если в бражке остаются газы (например углекислота), то они выделяются, и, проходя сквозь тарелки, составляющие зону концентрации масел, сообщают пастеризованному спирту очень упорный специфический запах.

Предварительная эюрация бражки невыгодна еще и потому, что требует нагрева до 89—93°. Бражка, поступающая на верхнюю тарелку бражной колонны *д*, имеет высокую температуру, что снижает производительность бражной колонны. Соединение бражной колонны с ректификационной ухудшает условия перегонки бражки в бражной колонне. По Сорелю для полной выварки бражки бражная колонна в этом случае должна иметь 20 и даже больше тарелок. Обычно ставили только 12 тарелок, и на 1 м² площади сечения бражной колонны перегонялось только 3500—4000 л вместо обычных 6000 л в брагоперегонном аппарате.

Для устранения отмеченных недостатков аппарат Барбе прямого действия был переделан в аппарат полупрямого действия. Были устроены также приспособления для освобождения спиртовых паров от механически уносимых ими частиц бражки. В переделанных таким образом аппаратах Барбе производительность повысилась; стали получать спирт хорошего качества даже из паточных бражек.

2. Аппарат типа Барбе полупрямого действия

Схема установки брагоректификационного аппарата Барбе полупрямого действия, принятая в спиртовой промышленности СССР³, показана на рис. 31.

Аппарат имеет две основных колонны. Одна из них состоит из бражной колонны *а*, на которой стоит отделенная от нее глухим дном эюрационная колонна *в* с дефлегматором-нагревателем бражки новой конструкции *д*.

¹ Статья «Причины плохого запаха ректификата», журнал «Пищевая промышленность», № 2, 1929, приложение «Вестник винокуренной промышленности», вып. I, стр. 6—7.

² Mariller, *Distillation et rectification des liquides industriels*, Paris, 1925, p. 462. (Ш. Марилле, Перегонка и ректификация в спиртовой промышленности. Москва, 1934, стр. 321).

³ Для лучшего понимания устройства аппарата и работы на нем крайне важно детально ознакомиться по рис. 31 с устройством и расположением отдельных частей аппарата и трубопроводов, их соединяющих, и спецификацией частей и трубопроводов.

Другая колонна — обычная ректификационная колонна, как и в аппарате Барбе. На ней, как и на эпорационной колонне б, стоит дефлегматор-нагреватель и бражки.

В этом аппарате бражка предварительно не подвергается эпорации, а сразу же перегоняется, а эпорации подвергаются полученные спиртовые пары, очищенные от частиц бражки. Поэтому бражка поступает на верхнюю бражную тарелку бражной колонны, а спиртовые пары по выходе из парового пространства верхней бражной тарелки направляются под конический колпак, отсюда проходят через систему отбойных пластин (жалюзи) и по трубе б направляются в ловушку г. Внутри ловушки они проходят тройник, ударяются в конический колпак и, пройдя через систему отбойных пластин, выходят из ловушки с тем, чтобы по трубе б поступить в паровое пространство между выварной б и концентрационной в частями эпорационной колонны.

Частицы бражки, задержанные в предварительной очистной камере, отводятся по сливным трубкам на верхнюю тарелку бражной колонны, куда также поступают по трубе 7 частицы бражки и частично сконденсировавшаяся спиртовая жидкость из ловушки г. Эта спиртовая жидкость хорошо гасит пену при перегонке паточной бражки, благодаря чему производительность бражной колонны полностью сохраняется.

Вследствие того что в эпорационную колонну поступает не бражка, а спиртовые пары, которые необходимо сгустить и в виде горячего эпората направить по трубе 1з на верхнюю тарелку выварной части ж ректификационной колонны, над концентрационной частью в эпорационной колонны ставят мощный дефлегматор д. Он имеет такую же поверхность охлаждения, как и дефлегматор ректификационной колонны.

В аппарате полупрямого действия ставят дефлегматор новой конструкции; его устанавливают непосредственно на колонне, и спиртовые пары поступают в кольцевое пространство, образованное наружным кожухом и трубчаткой дефлегматора, в котором помещается змеевик с циркулирующей в нем бражкой. Спиртовые пары идут навстречу стекающему погону и повторно выпаривают его. Дойдя до верхней крышки, пары направляются в межтрубное пространство трубчатки дефлегматора через 6 боковых отверстий в цилиндрическом сосуде, внутри которого помещаются вертикальные трубы с циркулирующей в них охлаждающей водой и горизонтальные сплошные перегородки с увеличенными отверстиями для прохода в них трубок и спиртовых паров. Пройдя все камеры межтрубного пространства трубчатки, спиртовые пары отводятся по трубе 8 в конденсатор-холодильник е.

Собравшийся на дне межтрубного пространства погон отводится на верхнюю тарелку концентрационной части в эпорационной колонны по внутренней трубе. Вода в трубчатку поступает через верхнюю водяную камеру. Камера эта цилиндрической перегород-

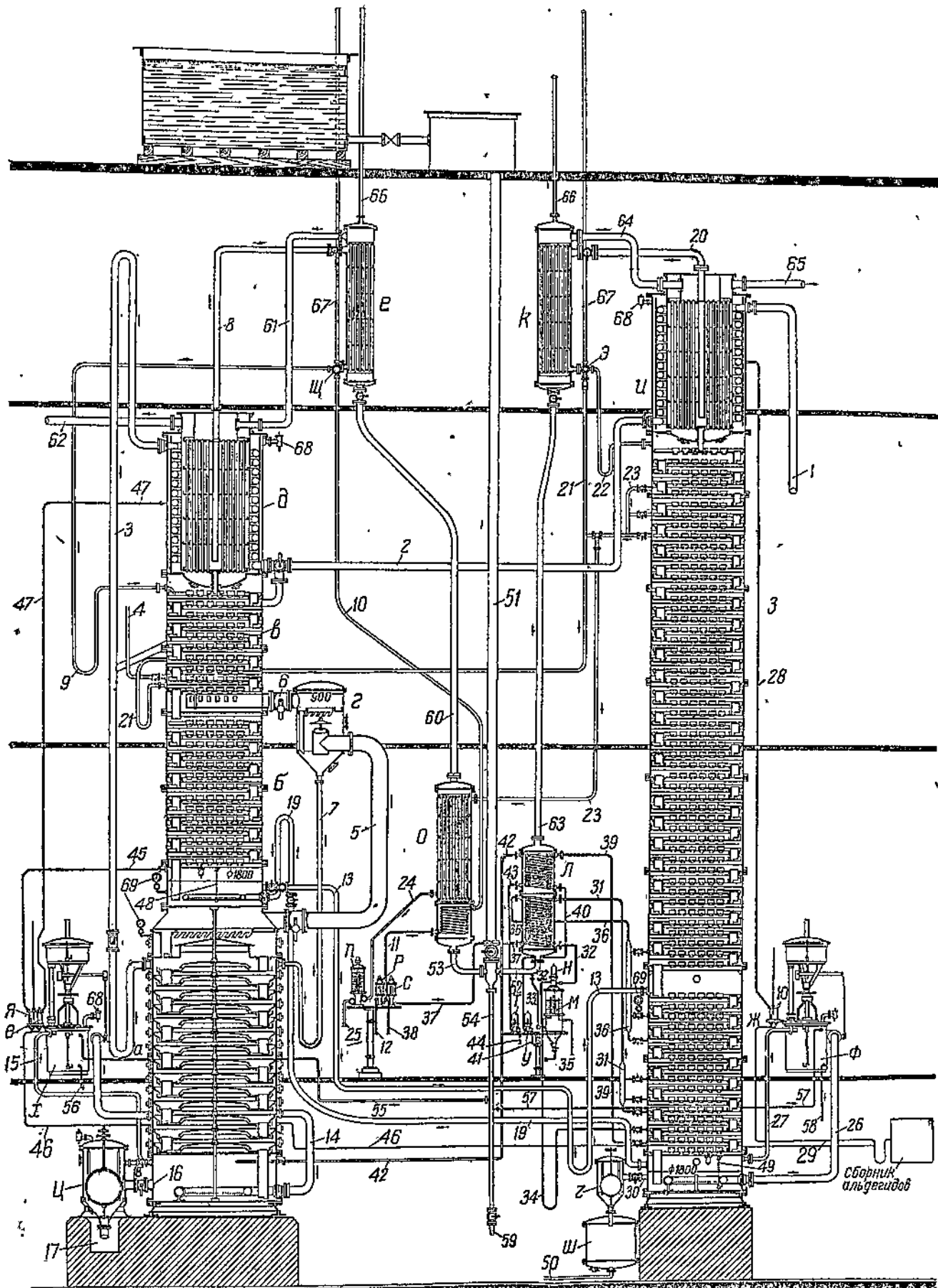


Рис. 31. Непрерывно действующий брагоректификационный аппарат Барбе полупрямого действия: *а*—бракная колонна; *б*—выварная часть эвпорационной колонны; *в*—укрепительная часть эвпорационной колонны; *г*—ловушка механических частиц из бражки; *д*—дефлегматор эвпорационной колонны; *е*—конденсатор эвпорационной колонны; *ж*—выварная часть ректификационной колонны; *з*—укрепительная часть ректификационной колонны; *и*—дефлегматор ректификационной колонны; *к*—конденсатор ректификационной колонны; *л*—холодильник низших сортов; *м*—маслоотделитель; *н*—пробный фонарь для сивушного масла; *о*—холодильник пастеризованного спирта и эфиров; *п*—фонарь для спирта I сорта; *р*—фонарь для эфиров; *с*—фонарь для сивушного спирта; *т*—пробный фонарь для конденсата бражной колонны; *у*—пробный фонарь для конденсата ректификационной колонны; *ф*—паровой регулятор ректификационной колонны; *х*—паровой регулятор бражной колонны; *ц*—бардяной регулятор; *ч*—автомат для удаления люгтерной воды; *ш*—передаточный резервуар; *щ*—фонарь-делитель для конденсатора эвпорационной колонны; *э*—фонарь-делитель для конденсатора ректификационной колонны; *ю*—манометр водяного давления из дефлегматора *и*; *я*—манометр водяного давления из эвпорационной колонны *б*; *θ*—манометр водяного давления из дефлегматора *д*; *1*—бракная труба в дефлегматор *и*; *2*—бракная труба из дефлегматора *и* в дефлегматор *д* со стоянием на ней трехходовым краном для промывки эмесанков в обоих дефлегматорах; *3*—бракная труба из дефлегматора *д* в бражную колонну *а*; *4*—труба для люгтерной воды в концентрационную часть эвпорационной колонны *в* с регулировочным краем при штуцере колонны; *5*—труба для спиртовых паров в ловушку *г*; *6*—шибер, отключающий бражную колонну *а* от эвпорационной колонны *б* для прочистки ее; *7*—труба для осевших частиц бражки в бражную колонну *а*; *8*—труба для спиртового пара из дефлегматора *д* в конденсатор *е*; *9*—труба, отводящая излишек погона после отбора эфиров в концентрационную часть эвпорационной колонны *в*; *10*—труба для отвода эфиров в холодильник *о*; *11*—труба для отвода эфиров из холодильника в фонарь *р*; *12*—труба для отвода эфиров из фонаря *р* в спиртоприемник; *13*—труба для отвода эпората в выварную часть *ж* ректификационной колонны с фонарем и регуляторным краем при штуцере на эвпорационной колонне *б*; *14*—труба для пара от парового регулятора *х* в бражную колонну *а*; *15*—труба, передающая давление в регулятор пара *х* при бражной колонне *а*; *16*—труба для отвода барды из бражной колонны *а* в бардяной регулятор; *17*—труба для отвода барды из бардяного регулятора; *18*—труба, передающая давление бражной колонны *а* в бардяной регулятор *ц*; *19*—труба для водяного пара из выварной части ректификационной колонны *ж* в выварную камеру эвпорационной колонны *б*; *20*—труба для отвода спиртового пара из дефлегматора *и*, стоящего на ректификационной колонне, в конденсатор *к*; *21*—труба для непастеризованного спирта из фонаря *з* в эвпорационную колонну *б*; *22*—труба для отвода погона после отбора непастеризованного спирта в ректификационную колонну *з*; *23*—труба для пастеризованного ректификата в холодильник *о*, с трехходовым краном для приключения к трубе *21*, когда пастеризат не выдерживает пробы; *24*—труба для пастеризованного ректификата из холодильника *о* в фонарь для I сорта ректификата *п*; *25*—труба для пастеризованного ректификата из фонаря *п* I сорта ректи-

фиката в контрольный снаряд; *26*—труба для пара от парового регулятора *ф* в выварную камеру *ж* ректификационной колонны *з*; *27*—труба, передающая давление в регулятор пара *ф* при ректификационной колонне *ж*—*з*; *28*—труба, передающая давление, имеющееся в дефлегматоре, в манометр водяного давления *ю*; *29*—труба для отвода конденсата из манометра водяного давления; *30*—труба для люгтерной воды из выварной части *ж* ректификационной колонны *з* в автомат *ч* для отвода люгтерной воды; *31*—труба для сивушного масла, отбираемого через 3 штуцера в выварной части ректификационной колонны в нижнюю часть холодильника *л*; *32*—труба для сивушного масла из холодильника *л* через пробный фонарь *н* в маслоотделитель *м*; *33*—труба для подвода холодной воды в маслопромыватель *м*; *34*—труба для отвода спиртовой жидкости из маслоотделителя *м* обратно в колонну *ж*—*з*; *35*—труба для отвода прямого сивушного масла из маслоотделителя *м* в сборник; *36*—труба для отвода крепкого сивушного спирта с верхних 2 краев выварной части колонны *ж*, первого крапа ректификационной колонны *з* в холодильник *л*; *37*—труба для крепкого сивушного спирта из холодильника *л* в фонарь для сивушного спирта *с*; *38*—труба для крепкого сивушного спирта из фонаря *с* в сборник; *39*—труба из выварной части ректификационной колонны *ж*—*з* в холодильник *л*; *40*—труба, ведущая конденсат в пробный фонарь *у*; *41*—труба для отвода конденсата из пробного фонаря в канализацию; *42*—труба для конденсата из бражной колонны *а* в холодильник *л*; *43*—труба, ведущая конденсат в пробный фонарь *т*; *44*—труба для отвода конденсата из пробного фонаря *т* в канализацию; *45*—труба от выварной камеры эвпорационной колонны *б* к водяному манометру *я*; *46*—труба для отвода образовавшегося из спиртового пара конденсата в манометрах водяного давления *я* и *θ* в спиртоприемник альдегидов; *47*—труба для передачи давления, имеющегося в дефлегматоре *д*, в манометр водяного давления *θ*; *48*—уровнеуказательное стекло в эвпорационной колонне *б*; *49*—уровнеуказательное стекло в ректификационной колонне *ж*—*з*; *50*—труба, соединяющая передаточный резервуар с паровым насосом для откачки люгтерной воды; *51*—общая водяная труба на брагоректификационный аппарат; *52*—ответвление холодной воды на холодильник *л*; *53*—ответвление холодной воды на холодильник *о*; *54*—разводящая ветвь трубопровода холодной воды; *55*—труба для наполнения водой парового регулятора *х*; *56*—труба для отвода воды из парового регулятора *х* в канализацию; *57*—труба для наполнения водой парового регулятора *ф*; *58*—труба, отводящая воду из парового регулятора *ф* в канализацию; *59*—спускной отроскок трубопровода холодной воды; *60*—труба, подводящая холодную воду на конденсатор *е* эвпорационной колонны; *61*—труба, передающая холодную воду из конденсатора *е* в дефлегматор *д* эвпорационной колонны; *62*—труба для отвода нагретой воды из дефлегматора *д* в сборник горячей воды; *63*—труба, подводящая холодную воду из холодильника *л* в конденсатор *к*; *64*—труба, передающая холодную воду из конденсатора *к* в дефлегматор *и* ректификационной колонны *ж*—*з*; *65*—труба для отвода нагретой воды дефлегматора *и* в сборник горячей воды; *66*—труба для отвода воздуха из водяных камер конденсаторов *е* и *к*; *67*—труба для отвода воздуха из фонарей-делителей *щ* и *э* конденсаторов; *68*—автоматические воздушные клапаны; *69*—тампотасметры.

кой делится на две части: внутреннюю и внешнюю. Во внутреннюю часть вводится вода из конденсатора, которая опускается по трубкам в нижнюю водяную камеру. Затем, поднимаясь вверх, вода поступает во внешнюю водяную камеру, откуда и отводится.

Точно такое же устройство имеет и дефлегматор, устанавливаемый над ректификационной колонной. При каждом дефлегматоре ставят конденсатор-холодильник обычного трубчатого типа, но с такими же перегородками, как и в трубчатке дефлегматора.

Каждый дефлегматор снабжается водяным манометром. Руководствуясь его показаниями, регулируют выпуск воды в дефлегматоры через конденсаторы. В остальном аппарат ничем не отличается от аппарата прямого действия. Нагрев бражки происходит в двух змеевиках, потому что поверхность обоих дефлегматоров ограничена диаметром колонны.

Впуск пара в ректификационную и бражную колонны регулируется паровыми регуляторами ϕ и x . В выварную часть b эспирационной колонны пар вводится из выварной камеры ректификационной колонны по трубе 19. Давление в эспирационной колонне регулируется паровым вентилем вручную, так как колебания давления в ректификационной колонне весьма незначительны.

3. Аппарат Гильома

Аппарат Гильома работает по принципу работы аппаратов прямого действия. Он состоит из непрерывно действующего ректификационного аппарата с дефлегматором увеличенной поверхности охлаждения над эспирационной колонной и из бражной колонны от брагоперегонного аппарата. Первоначально бражная колонна оригинальной конструкции Гильома была наклонной. Затем было установлено, что для густых бражек с шелухой и дробинкой наклонная колонна малопригодна. Поэтому она была заменена вертикальной бражной колонной с обычной бражной тарелкой.

Схема устройства брагоректификационного аппарата Гильома показана на рис. 32. Сравнивая его с непрерывно действующим ректификационным аппаратом сист. Гильома (см. рис. 28), мы видим, что здесь добавлена бражная колонна a с регулятором барды m . Над эспирационной колонной установлен дефлегматор типа Бома с частичным охлаждением спиртовых паров бражкой, поступающей в аппарат для перегонки. Бражка по трубе 1 поступает в дефлегматор и выходит из него по трубе 2 на верхнюю тарелку бражной колонны (см. рис. 32). Обогрев бражной колонны производится паром, идущим по трубе 72 с паровым вентилем, регулируемым вручную. Труба 72 ответвляется в трубу 44, которая питает паром колонну окончательной очистки; количество подаваемого пара регулируется вручную.

Отходящую барду часто исследуют на содержание в ней спирта путем отвода пара из парового пространства выварной камеры

бражной колонны по трубе 32 в центральный холодильник *к*, а из него по трубе 35 — в фонарь *фв*, где и определяют содержание спирта в погоне из барды.

В середине бражной колонны устроена труба 69, предохраняющая не только от высокого давления в колонне, но и сигнализирующая о засорении сливных трубок и о переполнении бражной колонны бражкой. При образовании в колонне вакуума через эту трубу поступает воздух. При вакууме вода из гидравлического затвора сразу втягивается в колонну, вследствие чего нарушается вакуум. Спиртовые пары из бражной колонны отводятся по трубе 59 в паровое пространство над верхней тарелкой выварной части элюационной колонны *б*. В остальном схема описываемого аппарата ничем не отличается от схемы непрерывно действующего ректификационного аппарата.

Недостатком непрерывно действующего брагоректификационного аппарата Гильома является отсутствие парового регулятора у бражной колонны, потребляющей значительное количество пара и получающей пар непосредственно от парового котла, где давление пара все же колеблется.

Неудачна и система обогрева колонны окончательной очистки *о*. В настоящее время она обогревается паром из парового котла, а не из ректификационной колонны.

Отсутствие указателя давления *с* в паровом пространстве выварной камеры бражной колонны, а также тальпотасиметра *т* в паровом пространстве верхней тарелки бражной колонны мешает уверенно работать и правильно регулировать впуск пара вручную. В бражной колонне *а*, правда, имеется предохранительная труба 69, сигнализирующая о превышении давления, но она не показывает нормального давления. Отсутствие тальпотасиметра заставляет работать вслепую с повышенным расходом пара и частично с пониженной производительностью аппарата.

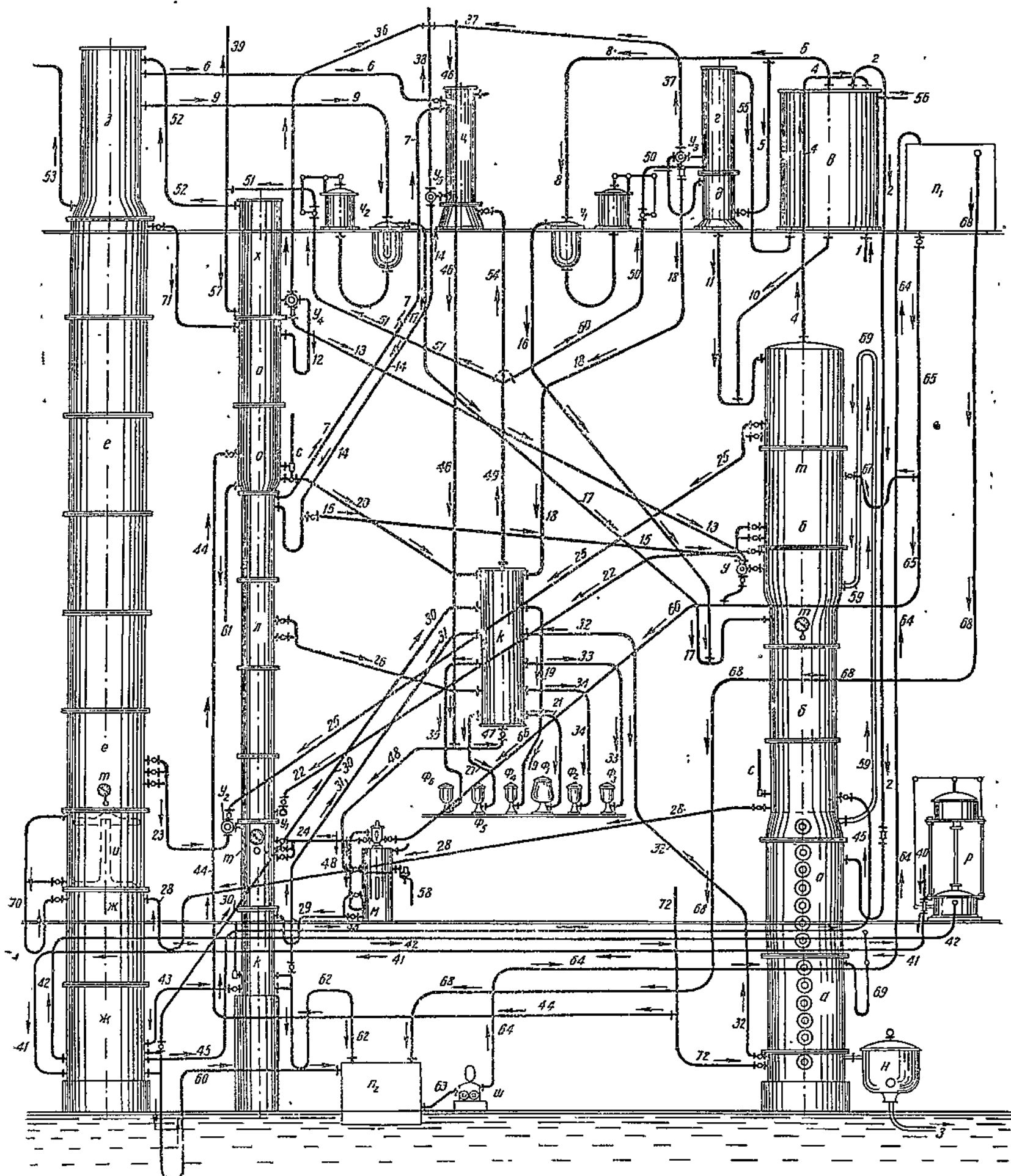


Рис. 32. Непрерывно действующий брагоректификационный аппарат Гильома: а—бражная колонна; б—эпюрационная колонна; в—дефлегматор эпюрационной колонны; г—конденсатор эпюрационной колонны; д—колонна для концентрации эфиров; е—концентрационная часть ректификационной колонны; ж—выварная часть ректификационной колонны; з—дефлегматор ректификационной колонны е—ж; и—аккумулятор; к—холодильник; л—дополнительная колонна; м—маслоотделитель; н—регулятор барды; о—колонна окончательной очистки; п₁—напорный резервуар люттерной воды; п₂—сборник люттерной воды; р—паровой регулятор; с—водяные манометры (указатели давления) эпюрационной, дополнительной колонны и колонны окончательной очистки; т—тампостатометры; у₁, у₂, у₃, у₄ и у₅—наблюдательные фонари; ф₁—фонарь для спирта ректификата 1 сорта; ф₂—фонарь для конденсата дополнительной колонны л; ф₃—фонарь для конденсата ректификационной колонны е—ж; ф₄—фонарь для эфиров; ф₅—фонарь для промежуточных примесей; ф₆—фонарь для конденсата бражной колонны а; х—конденсатор колонны окончательной очистки о; ч—конденсатор дополнительной колонны л и ректификационной колонны е—ж; ч₁—водяной регулятор при эпюрационной колонне б; ч₂—водяной регулятор при ректификационной колонне; ш—паровой насос люттерной воды; 1—бражная труба от бражного насоса в дефлегматор в эпюрационной колонны б; 2—бражная труба дефлегматора в эпюрационной колонны б в бражную колонну а; 3—труба для отвода барды из регулятора барды н; 4—труба спиртового пара из эпюрационной колонны б в дефлегматор в; 5—труба спиртового пара из дефлегматора в в колонну для концентрации эфиров д; 6—труба спиртового пара из дефлегматора з ректификационной колонны е—ж в конденсатор ч; 7—труба спиртового пара из дополнительной колонны л в конденсатор ч; 8—труба спиртового пара, передающая давление в дефлегматоре в в водяной регулятор ч₁; 9—труба спиртового пара, передающая давление в дефлегматоре з в водяной регулятор ч₂; 10—труба, отводящая погон из дефлегматора в в эпюрационную колонну б; 11—труба, отводящая погон из колонны для концентрации эфиров; 12—труба, отводящая излишек погона из наблюдательного фонаря у₄ конденсатора х в колонну окончательной очистки о; 13—труба, отводящая часть погона из конденсатора х в эпюрационную колонну через наблюдательный фонарь у; 14—труба, отводящая погон из наблюдательного фонаря у₅ конденсатора ч в дополнительную колонну л; 15—труба, отводящая часть погона из трубы 14 конденсатора ч в эпюрационную колонну б через наблюдательный фонарь у; 16—труба, отводящая конденсат спиртового пара из водяного регулятора ч₁ в эпюрационную колонну б; 17—труба, отводящая конденсат спиртового пара из водяного регулятора ч₂ в эпюрационную колонну б; 18—труба, отводящая часть эфиров в холодильник к; 19—труба, отводящая эфиры из холодильника к в фонарь ф₁; 20—труба, отводящая спирт ректификат 1 сорта из колонны окончательной очистки о в холодильник к; 21—труба, отводящая спирт ректификат 1 сорта из холодильника к в фонарь ф₁; 22—труба, отводящая сивушное масло из эпюрационной колонны б в дополнительную колонну л через наблюдательный фонарь у₁; 23—труба, отводящая спиртовую жидкость с большим количеством сивушного масла в дополнительную колонну л через наблюдательный фонарь у₂; 24—труба, отводящая спиртовую жидкость с сивушным маслом из дополнительной колонны л в фонарь-смеситель маслоотделителя м; 25—труба, отводящая промежуточные примеси из эпюрационной колонны б в дополнительную колонну л через наблюдательный фонарь у₃; 26—труба, отводящая промежуточные примеси из дополнительной колонны л в холодильник к; 27—труба, отводящая промежуточные примеси из холодильника к в фонарь ф₂; 28—труба, отводящая эфир из эпюрационной колонны б в выварную часть ж ректификационной колонны е—ж; 29—труба, отводящая спиртовую жидкость из маслоотделителя м в дополнительную

колонну л; 30—труба, отводящая пар с нижней тарелки выварной части ж ректификационной колонны е—ж в холодильник к; 31—труба, отводящая пар с нижней тарелки дополнительной колонны л в холодильник к; 32—труба, отводящая пар из выварной камеры бражной колонны а в холодильник к; 33—труба, отводящая конденсат пара выварной части ж ректификационной колонны е—ж из холодильника к в фонарь ф₃; 34—труба, отводящая конденсат пара дополнительной колонны л из холодильника к в фонарь ф₂; 35—труба, отводящая конденсат пара бражной колонны из холодильника к в фонарь ф₄; 36—труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря у₃ конденсатора х; 37—труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря у₄ конденсатора ч; 38—труба, отводящая воздух и несгустившиеся газы из наблюдательного фонаря у₅ конденсатора ч; 39—труба, отводящая воздух из трубы 31 от регулирующего клапана водяного регулятора ч₂; 40—труба, подводящая пар к регулирующему клапану парового регулятора р; 41—труба, отводящая пар из регулирующего клапана парового регулятора р в выварную камеру ректификационной колонны е—ж; 42—труба, передающая давление в паровой регулятор р из выварной камеры ректификационной колонны е—ж; 43—труба, подводящая пар для обогрева дополнительной колонны л из выварной камеры ректификационной колонны е—ж; 44—труба, подводящая пар для обогрева колонны окончательной очистки о из паропроводной трубы 72; 45—труба, подводящая пар для обогрева эпюрационной колонны из выварной камеры ректификационной колонны е—ж; 46—водяная магистраль; 47—труба, подводящая воду в холодильник к из водяной магистрали 46; 48—труба, подводящая воду в маслоотделитель м из водяной магистрали 46; 49—труба, отводящая воду из холодильника к в разветвление; 50—труба, отводящая воду из разветвления трубы 49 в конденсатор г эпюрационной колонны через регулирующий клапан водяного регулятора ч₁; 51—труба, подводящая воду через регулирующий клапан водяного регулятора ч₂ в конденсатор х—отвешивается от трубы 49; 52—труба, передающая воду из конденсатора х в дефлегматор з ректификационной колонны е—ж; 53—труба, отводящая горячую воду из дефлегматора з ректификационной колонны е—ж; 54—труба, подводящая воду в конденсатор ч—отвешивается от трубы 49; 55—труба, передающая воду из конденсатора г в дефлегматор в эпюрационной колонны б; 56—труба, отводящая горячую воду из дефлегматора в эпюрационной колонны б; 57—труба, отводящая сивушную эмульсию из фонаря-смесителя в маслоотделитель м; 58—труба, отводящая сивушное масло маслоотделителя м через фонарь в сборник сивушного масла; 59—труба, отводящая спиртовой пар из бражной колонны а в эпюрационную колонну б; 60—труба, отводящая люттерную воду из выварной камеры ректификационной колонны е—ж в сборник люттерной воды п₂; 61—труба, отводящая конденсат обогревающего пара колонны окончательной очистки о; 62—труба, отводящая люттерную воду из выварной камеры дополнительной колонны л в сборник люттерной воды п₂; 63—труба, питающая люттерной водой паровой насос ш; 64—труба, отводящая люттерную воду из насоса ш в напорный резервуар п₁; 65—труба, отводящая люттерную воду из напорного резервуара п₁ в эпюрационную колонну через наблюдательный фонарь у; 66—труба, подводящая люттерную воду в фонарь-смеситель маслоотделителя м; 67—труба, подводящая люттерную воду в концентрационную часть эпюрационной колонны б—отвешивается от трубы 65; 68—переливная труба из напорного резервуара п₁ в сборник люттерной воды п₂; 69—труба, сигнализирующая о давлении в бражной колонне а и предохраняющая от переполнения бражную колонну а; 70—труба, отводящая погон из аккумулятора и на верхнюю тарелку выварной части ж ректификационной колонны е—ж; 71—труба, отводящая погон из дефлегматора з в колонну окончательной очистки о; 72—труба, подводящая пар для обогрева бражной колонны а

ГЛАВА VI

РАБОТА НА НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИХ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ И БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТАХ

В данном разделе описана практика работы на непрерывно действующих ректификационных и брагоректификационных аппаратах. Нами сделано отступление от принятого порядка изложения сначала всех ректификационных, а затем брагоректификационных аппаратов, так как считаем наиболее удобным дать описание практики работы на аппаратах каждого изобретателя. Сначала описывается практика работы на аппаратах Барбе как более простых и имеющих меньшее число колонн, а затем — практика работы на более сложных аппаратах Гильома, имеющих большее число колонн.

Процесс брагоректификации является продолжением непрерывной ректификации. Поэтому указания по ректификации уже полученного в аппарате эспиритованного спирта повторяться не будут, в каком бы виде эспират ни был — в жидком ли, как это имеет место при аппарате полупрямого действия, или в виде спиртовых паров, поступающих из бражной колонны в ректификационную колонну, как при аппарате прямого действия.

1. РАБОТА НА РЕКТИФИКАЦИОННОМ АППАРАТЕ БАРБЕ

1. Проба аппарата водой

После установки аппарата или возобновления работы после летнего перерыва или произведенного ремонта следует предварительно провести работу на воде. Во время испытания проверяют правильность действия не только основных его частей, но и вспомогательных приборов (см. рис. 25).

При пуске аппарата в ход необходимо сначала наполнить водой дефлегматоры *з* и *в*, конденсаторы *и* и *г* и холодильники *к* и *л*. Для этого в трубу *37* пускают воду из напорного водяного бака через регулятор напора. Открывают краны на ответвлениях трубы *37*, отводящих воду в холодильники; вода из холодильника *к* по трубе *38* через открытый кран, стоящий на ней, поступает в конденсатор *и*, а по наполнении его по трубе *39* переходит в дефлегматор *з*. Кран для спуска воды из дефлегматора должен

быть закрыт. По наполнении дефлегматора з выпуск воды прекращают, закрывая кран на отростке трубы 37 у холодильника к. Дефлегматор в и конденсатор г наполняют водой, открывая кран на отростке трубы 37 перед холодильником л. Из холодильника л вода по трубе 41 поступает в конденсатор з, а отсюда по трубе 42 — в дефлегматор в, у которого также надо закрыть кран для спуска воды. Одновременно с холодильниками водой наполняется и нижний резервуар парового регулятора р.

Во время пробного испытания аппарата водой, когда еще нет лоттерной воды, при первом пуске для наполнения колонн употребляют воду из напорного бака. В дальнейшем водопроводную воду не следует впускать в колонну, чтобы колпачки не покрывались накипью. Во время ректификации спирт-сырец разбавляется горячей лоттерной водой. Нижние части колонн аппарата наполняются водой, а верхние части — конденсатом, поступившим из дефлегматоров.

При пробе аппарата вода поступает на верхнюю тарелку нижней части колонны б и отсюда по трубе 27 переходит на верхнюю тарелку выварной части ж ректификационной колонны. Воду пускают до того момента, пока она не покажется в выварной камере выварной части ж. При этом необходимо следить за тем, чтобы краны на трубе б, выходящей из выварной части ж, и на трубе 27 в нижней части эпорационной колонны б обязательно были открыты (на рис. 25 кран на трубе 27 около колонны б не показан).

Перед пуском пара необходимо проверить, открыты ли краны на трубах 12 и 14, отводящих спиртовые пары из дефлегматоров в и з в конденсаторы г и и. Они должны быть открыты почти наполовину. Если эти краны останутся закрытыми, то давление в колоннах увеличится, и в конце концов аппарат перестанет работать.

После осмотра всего аппарата и проверки, правильно ли открыты краны и вентили, в выварную часть ж по трубе 35 пускают пар. Включают в работу паровой регулятор р, для чего на трубе 36 открывают кран. По мере прогрева в ректификационной колонне образуется давление, которое и отмечается на водомерном стекле парового регулятора р. Когда прогреется вся колонна, тогда открывают кран на трубе 44, по которой подается пар для обогрева эпорационной колонны.

Эпорационную колонну обогревают в данном случае (см. рис. 25) паром из парового пространства верхней тарелки выварной части ректификационной колонны. Обогревают ее также паром из парового пространства выварной камеры выварной части ж. В очень старых выпусках аппаратов Барбе эпорационная колонна б имела самостоятельный обогрев острым паром, который впускали при помощи также самостоятельного парового регулятора. В этом случае обогрев эпорационной колонны начинался одновременно с обогревом выварной части ж.

По мере того как аппарат прогревается, производят подробный осмотр и испытание всех его частей на полную герметичность. Подтягивают гайки, устраняют обнаруженные неплотности. Аппарат тщательно промывают и пропаривают водой и паром примерно в течение полусуток, чтобы отвариť и отмыть загрязнения внутри колонн.

Как только колонны прогреются до дефлегматоров и конденсаторов, поднявшиеся пары в дефлегматорах конденсируются и возвращаются обратно в колонны. Для того чтобы пары достигли конденсаторов, необходимо в дефлегматорах поддерживать сравнительно высокую температуру: $93-95^{\circ}$ и выше. Образовавшаяся в конденсаторе *г* (см. рис. 25) вода отводится из него по трубе 16 обратно в эспорационную колонну и по трубе 19 в фонарь ϕ_2 . Конденсат из конденсатора *и* по трубе 18 отводится обратно в ректификационную колонну *е* — *ж*, а часть его по трубе 20 поступает в эспорационную колонну. Погон из выварной камеры (лоттерная вода) поступает через подогреватель спирта *о* по трубе 6 в резервуар конденсационной воды *п*₂. Отсюда насосом *н* по трубе 8 лоттерная вода подается в резервуар *п*₁, а из него по трубе 9 — в эспорационную колонну. Для того чтобы промыть холодильник *к* для I сорта, открывают на $\frac{1}{3}$ кран на трубе 21, и дефиллат из ректификационной колонны *е* — *ж*, пройдя холодильник, поступает по трубе 22 в фонарь ϕ_1 .

Очень часто при работе на воде дефлегматор сильно охлаждают, вследствие чего конденсат не поступает в фонарь ϕ_2 и в наблюдательные фонари *у*₁ и *у*₂. В этом случае поступление воды в холодильники, конденсаторы и дефлегматоры должно быть прекращено до тех пор, пока в фонарях не появится конденсат. Затем медленно открывают доступ воды в холодильники, а из них — в конденсаторы и дефлегматоры, и таким образом регулируют поступление конденсата через фонари *у*₁ и *у*₂.

При пробе аппарата водой рекомендуется в воду, которой первоначально наполняют колонны, добавлять килограммов 20 углекислой соды для нейтрализации остатков кислоты, применявшейся при изготовлении аппарата. Кроме того при сборке аппарата на тарелки попадают частицы уплотняющей мастики. Если не удалить этих остатков, то возможно загрязнение ими ректифицированного спирта.

Во время испытания аппарата водой надо так отрегулировать паровой регулятор, чтобы он работал бесперебойно и без выбрасывания жидкости из верхнего резервуара. После устранения неполадок, обнаруженных при пробе аппарата водой, аппарат начинают питать спиртом и переходят к его ректификации.

2. Пуск аппарата

Спирт-сырец поступает в аппарат из напорного спиртового резервуара. По трубе 2 (см. рис. 25) он идет в регулятор напора

спирта *д*, из него по трубе *з* в подогреватель *о*, а отсюда по трубе *4* — в стоящий на штуцере эпорационной колонны *б* меланжер, в который по трубе *9* поступает конденсационная вода из резервуара *л*. Смесь спирта с конденсационной водой из меланжера выходит на верхнюю тарелку нижней части эпорационной колонны. Ввиду того, что вся эпорационная колонна заполнена водой, первоначально пускают только спирт-сырец. Это продолжается до тех пор, пока термометр *т*, стоящий на одну тарелку ниже поступления сырца, не покажет температуру 83—85°, что свидетельствует об установлении нормальной крепости спирта на этой тарелке эпорационной колонны. Если затем не открыть кран на трубе *9* для впуска люттерной воды, температура начнет падать, что укажет на чересчур большую крепость эпората. Крепость эпората при выходе из эпорационной колонны следует поддерживать равной 65°. При обогреве эпорационной колонны водяным паром из выварной камеры выварной части *ж* крепость эпората при той же пропорции впускаемых спирта и люттерной воды в эпорационную колонну будет иметь крепость, примерно, 45—50°.

Эпорация спирта-сырца происходит легче и полнее, если крепость его равна 30—35°, но и при крепости 50 и даже 65° процесс протекает полностью. Более крепкий эпорат облегчает работу выварной части *ж* и тем самым повышает производительность всего аппарата. Спиртовые пары из отгонной части эпорационной колонны, содержащие легколетучие (головные) примеси, поднимаются в концентрационную часть эпорационной колонны. Пройдя ее, они достигают дефлегматора *в*, где почти целиком конденсируются за то время, в течение которого вода, охлаждающая дефлегматор, нагревается до 65—70°. Образовавшийся же погон возвращается по трубе *15* на верхнюю тарелку концентрационной части эпорационной колонны. Несгустившийся спиртовый пар по трубе *12* поступает в конденсатор *г*, где окончательно сгущается и при этом охлаждается, так как часть образовавшегося погона под названием эфиров и альдегидов (головных отбросов, употребляемых для приготовления денатурата) отбирается по трубе *19* в фонарь *ф₂*.

Остаток погона из фонаря *у₁* возвращается в эпорационную колонну *б* по трубе *16*, присоединенной к трубе *15*. Во время работы аппарата наблюдают за нормальной температурой погона в трубе (температура должна быть в пределах 70—72°), для чего надо пускать столько воды в дефлегматор *в*, чтобы температура отходящей воды была равна 65—75°. Погон же в трубе *16* из конденсатора должен иметь температуру не выше 20°, чтобы избежать больших потерь спирта с несгустившимися газами и воздухом, отводимым по воздушной трубе *31* из смотрового фонаря *у₁*.

Для правильной работы дефлегматора *в* и конденсатора *г* необходимо регулировать выпуск охлаждающей воды в конденсатор *г* по трубе *41*. Надо впускать такое количество воды, чтобы нижняя половина конденсатора *г* была обязательно холодной, что опреде-

ляется наощупь (стенки кожуха межтрубного пространства конденсатора *г* должны быть холодными). С другой стороны, погон дефлегматора *в* должен быть горячим (70—72°), температура отходящей воды должна быть не ниже 65°; лучше, если она равна 75°.

Для облегчения регулирования работы дефлегматора *в* и конденсатора *г* служит кран на трубе 12, при помощи которого регулируют выпуск спиртового пара в конденсатор *г*. Поэтому рекомендуется в начале работы кран на трубе 12 оставлять на половину открытым, чтобы не пришлось впускать в конденсатор слишком много воды. В этом случае конденсатор *г* будет иметь стенки на половину высоты холодными, а вода, отходящая из дефлегматора *в* по трубе 43, будет в среднем иметь температуру 70°. Сначала налаживают работу дефлегматора *в*, наблюдая за тем, чтобы из него отходил горячий погон и чтобы выходящая вода имела температуру 70°. При этом кран на трубе 12 должен быть открыт только наполовину или даже меньше для пропуска спиртовых паров в конденсатор *г*. Когда выпуск воды в дефлегматор отрегулирован, приступают к регулированию температуры погона в трубах 16 и 19 при помощи крана на трубе 12, подводящей спиртовые пары в конденсатор *г*. Если стенки нижней половины кожуха конденсатора нехолодные, то погон будет теплым. Это бывает в том случае, когда в конденсатор *г* поступает слишком много спиртовых паров, и они не успевают хорошо охладиться, а конденсатор *г* перегрет. Поэтому поступление спиртовых паров в конденсатор *г* следует убавить, для чего надо прикрыть кран на трубе 12. В результате через 5—8 мин. устанавливается нужная температура. При уменьшении отбора спиртового пара из дефлегматора *в* отходящая из него вода имеет более высокую температуру. Она может достигнуть 75° и выше, что уже нежелательно. Тогда усиливают поступление воды по трубе 41. Если же, наоборот, конденсатор *г* почти весь будет холодным, и погон будет вытекать из него через фонарь *у* слишком слабой струей, то для восстановления нормальной работы конденсатора *г* надо больше открыть кран на трубе 12. Тогда в конденсатор *г* пары спирта начнут поступать в большем количестве, верхняя половина кожуха межтрубного пространства конденсатора нагреется, а нижняя половина будет холодной, и эспирационная колонна начнет работать нормально. При этом концентрационная часть ее быстро включится в работу и начнет концентрировать головные примеси. Однако высокая концентрация альдегидов и эфиров получается не сразу, а через 10—12 час. с начала работы колонны, когда вытекающая из фонаря *у* жидкость приобретает зеленовато-желтый цвет, резкий альдегидный запах и крепость 94,5—95,5°. Более высокая крепость не нужна, так как она не увеличивает концентрации эфиров и альдегидов, а, наоборот, уменьшает ее. При высокой крепости альдегидов и эфиров их коэффициенты испарения и ректификации

понижаются, поэтому часть их задерживается на тарелках колонны, на которых крепость жидкости равна 93—94°.

Спирт-сырец и лоттерная вода, поступающие на верхнюю тарелку отгонной части эспирационной колонны б, переходят с тарелки на тарелку и, достигая выварной камеры колонны, постепенно теряют головные примеси. Последние поднимаются в концентрационную часть колонны и в дефлегматор, а освобожденный от головных примесей спирт по трубе 27 поступает на верхнюю тарелку выварной части ж ректификационной колонны. Для полного извлечения головных примесей из спирта-сырца, подвергающегося эспирации, надо израсходовать до 2 кг водяного пара на 1 дкл спирта-сырца. Эспирационная колонна работает при давлении 750—850 мм вод. ст.

Содержание альдегидов в эспирате перед поступлением его в ректификационную колонну полезно проверять пробой на реактив Молера. Проба Молера должна дать содержание в эспирате альдегидов не больше 0,0005 по объему. Если проба Молера указывает на более высокое содержание альдегидов, то очистку спирта необходимо улучшить. Для этого выпускают больше водяного пара в эспирационную колонну, уменьшают крепость эспирационного спирта-сырца усилением притока лоттерной воды и, наконец, увеличивают отбор альдегидов и эфиров через фонарь ϕ_2 . Альдегидов и эфиров отбирают от 1 до 4% от перерабатываемого в час спирта-сырца в зависимости от его качества и от необходимой степени очистки эспирата. Первоначально отбирают 2% из фонаря ϕ_2 и наблюдают за качеством эспирата, поступающего в ректификационную колонну. При низком качестве эспирата отбор эфиров и альдегидов постепенно увеличивают, пока не получают эспират требуемого качества. Если же при отборе 2% альдегидов и эфира через фонарь ϕ_2 эспират получается высокого качества, то процент отбора альдегидов и эфиров можно уменьшить. Это уменьшение производят до тех пор, пока не добьются хорошего качества эспирата и минимального отбора альдегидов и эфиров. В этом случае головные примеси выводятся наиболее концентрированными с относительно минимальным количеством сопровождающего их спирта. Эспират, поступивший на верхнюю тарелку выварной части ж, переливаясь с тарелки на тарелку, освобождается от спирта, а выделившийся из него спиртовый пар поступает в концентрационную часть е ректификационной колонны. Здесь он поднимается вверх по колонне, достигает верхней крышки и по трубе 13 поступает в дефлегматор з, а затем — в конденсатор и. В дефлегматоре з почти все спиртовые пары сгущаются, и лишь небольшая часть их в сопровождении несгустившихся газов и воздуха поступает по трубе 14 через кран, стоящий на ней (не показан на рис. 25), в конденсатор и. Здесь спиртовые пары окончательно сгущаются в погон, отводимый из наблюдательного фонаря у₂. Часть его по трубе 20 поступает на вторичную пере-

работку в эпорационную колонну б на верхнюю тарелку ее отгонной части, а остальная, большая часть, возвращается по трубе 18, присоединенной к трубе 17, в ректификационную колонну.

Из дефлегматора з погон возвращается по трубе 17 на верхнюю тарелку концентрационной части колонны а. Погон из дефлегматора з должен быть таким же горячим, как погон из дефлегматора в эпорационной колонны. Вода поступает в дефлегматор з через конденсатор и; подачу ее регулируют краном, стоящим на трубе 38 перед входом в конденсатор и. Отсюда по трубе 39 она идет в дефлегматор з, из которого и уходит по трубе 40. Правила регулирования степени открывания кранов как на водяной трубе 38, так и на спиртовой 14, такие же, как и для дефлегматора в с конденсатором г. Здесь надо также добиться того, чтобы погон из конденсатора и был холодным во избежание потерь спирта с удаляемыми несгустившимися газами и воздухом, выходящими по трубе 32. Для этого нижняя половина кожуха межтрубного пространства конденсатора должна быть холодной.

Отводимый в эпорационную колонну из конденсатора и по трубе 20 погон называется непастеризованным спиртом; он отводится в строго определенном количестве. Количество это легко установить путем наблюдения за толщиной струи, отводимой в эпорационную колонну спирта в смотровом фонаре. Спирт из фонаря поступает в стеклянный цилиндр определенной емкости. Установив время, потребное для заполнения цилиндра спиртом при той или иной толщине струи, вычисляют, сколько спирта пройдет в течение часа. Кран под измерительным стеклянным цилиндром во время измерения должен быть закрыт. Весь погон, отбираемый в эпорационную колонну, через смотровой фонарь поступает в цилиндр в виде струи строго установленной толщины. Путем увеличения или уменьшения струи подают определенное количество непастеризованного спирта в соответствии с качеством получаемого ректификата. При такой струе работают, пока не потребуются ее уменьшить или увеличить вследствие изменившихся условий работы аппарата; от 2 до 5% иногда и больше непастеризованного спирта возвращают в эпорационную колонну на вторичную очистку. При возврате большого количества непастеризованного спирта уменьшается производительность ректификационной колонны и значительно повышается расход пара на ректификацию, хотя качество ректификата при этом улучшается. Непастеризованный спирт уносит с собой образовавшиеся в ректификационной колонне эфиры и случайно проскочившие в эпорат альдегиды (из эпорационной колонны). Поэтому когда в отбираемом пастеризованном спирте (ректификате I сорта) обнаруживают альдегиды и эфиры выше стандарта, то сначала налаживают получение эпората хорошего качества, а затем уже увеличивают процент возврата непастеризованного спирта в эпорационную колонну на вторичную переработку. В связи с этим уменьшается

количество альдегидов и эфиров, циркулирующих в концентрационной части ректификационной колонны *е*.

На первоначальное наполнение ректификационной колонны требуется от 6 до 10 и даже до 12 час. работы эпорационной и ректификационной колонн. Степень насыщения ректификационной колонны спиртом узнают по показаниям тальпотасиметра, стоящего в выварной части *ж*, который при работе аппарата обычно показывает температуру от 87 до 85°. Температура 85° свидетельствует о полном насыщении ректификационной колонны спиртом.

Когда при первоначальном пуске аппарата достигнута температура 86°, можно приступить к отбору спирта I сорта. Для этого открывают наполовину кран на трубе 21 (см. рис. 25), по которой кипящий спирт с 4-й сверху тарелки ректификационной колонны идет в холодильник *к*. Спирт, прошедший через холодильник *к*, отводится по трубе 22 в фонарь ϕ_1 . Из этого фонаря берут пробу для определения качества спирта и его крепости. Качество спирта определяют пробой на серную кислоту Савалля или, еще лучше, на салициловый альдегид по Комаровскому. I сорт ректификата начинают отбирать только после того, как он выдержит пробу, т. е. если он отвечает ОСТ 278 НКПП.

Наладив отбор I сорта ректификата (его Барбе называет пастеризованным спиртом), приступают к отбору хвостовых примесей. Барбе разделяет хвостовые примеси на крепкий сивушный спирт, состоящий из промежуточных продуктов, и собственно сивушный спирт, содержащий большое количество сивушного масла, легко отделяющегося от спирта при промывании водой.

Сначала отбирают крепкий сивушный спирт с 14-й тарелки снизу выварной части *ж*. По трубе 25 его отводят в холодильник *л*, из которого по трубе 26 он поступает в фонарь ϕ_1 . Здесь определяют его крепость, которая обычно равна 75—80° и даже 85°.

Крепкого сивушного спирта отбирают в среднем 0,8—1,2%. Его не собирают отдельно, а сливают вместе с альдегидами и эфирами. Поэтому из фонаря ϕ_1 он отводится в сборник эфиров. С того момента, как тальпотасиметр ректификационной колонны начнет показывать 90—89°, включают пробник люттерной воды. Для этого в холодильник *л* по трубе 29 пускают пар из выварной части *ж*; из холодильника по трубе 30 конденсат идет в фонарь ϕ_2 , где и определяют его качество. В конденсате не должно быть спирта, допустимы только следы его — не больше 0,015% по объему.

Если тальпотасиметр ректификационной колонны показывает температуру ниже 85°, то в люттерной воде может оказаться спирт; крепость его может достигнуть 5 и даже 10°. Такая крепость конденсата свидетельствует о том, что в отходящей воде содержится до 1° спирта, вследствие чего получаются повышенные потери. При обнаружении в люттерной воде спирта на некоторое время прекращают ее выпуск, закрывают выход эпората из эпорационной колонны и останавливают впуск в нее спирта-сыр-

ца и люттерной воды. Когда пробник покажет отсутствие спирта в парах 1-й тарелки снизу выварной части *ж* ректификационной колонны, тотчас же кран на трубе 27, отводящий эпорат в ректификационную колонну, открывают на установленную величину. Одновременно несколько прикрывают краны на трубе 4 для выпуска спирта в эпорационную колонну и на трубе 9 для выпуска люттерной воды. При таком регулировании крепость I сорта и количество отбираемого ректификационного спирта не изменяется; уменьшается только поступление спирта-сырца и люттерной воды в аппарат.

После того как обнаружено понижение температуры и значительное содержание спирта в люттерной воде, можно прекратить выход люттерной воды и увеличить отбор ректификованного спирта, но в таком количестве, чтобы крепость его не понизилась. Если через 5 мин. после увеличенного отбора I сорта ректификата температура на тальпотасиметре повысится, а в люттерной воде будут обнаружены только следы спирта, то регулирование аппарата заканчивают; при этом вновь открывают кран на трубе 5, отводящий люттерную воду из ректификационной колонны. Если же несмотря на увеличение отбора ректификата температура в выварной части *ж* повышается слабо, а в люттерной воде все еще содержится спирт, надо прекратить поступление эпората в ректификационную колонну, а также спирта-сырца и люттерной воды в эпорационную колонну.

Спирт в люттерной воде появляется либо потому, что в аппарат пускают много спирта-сырца, либо, наоборот, оттого, что из ректификационной колонны мало отбирают ректификованного спирта. В таком случае выгоднее всего максимально увеличить отбор ректификованного спирта, но строго установленной крепости и стандартного качества. Если после этого люттерная вода все же будет содержать спирта больше 0,015%, тогда понемногу убавляют количество спирта-сырца, а также люттерной воды, выпускаемой по трубе 9 в эпорационную колонну. В результате аппарат начнет работать нормально. Количество спирта, отводимого из аппарата в виде ректификата, головных и хвостовых примесей плюс потери спирта в аппарате, равно количеству спирта-сырца, вводимого в аппарат.

Сивушное масло отбирают последним; в среднем получают не больше 0,5% от взятого на ректификацию спирта-сырца (в исчислении на безводный спирт). Отбирать сивушное масло можно только тогда, когда оно накопится в достаточном количестве в зоне его отбора. Концентрируется сивушное масло, когда верхние 20 тарелок ректификационной колонны содержат спирт крепостью 95° и выше. Но достаточно насытить спиртом ректификационную колонну, как тальпотасиметр покажет температуру 85° и ниже, и сивушное масло опустится ниже зоны его отбора. Оно может даже попасть в люттерную воду. Время начала отбора сивушного

масла зависит от часовой производительности аппарата и емкости тарелок выварной части ректификационной колонны. Аппараты большой производительности обычно накапливают сивушное масло быстрее, чем аппараты малой производительности с тарелками относительно большей емкости. В наиболее крупных аппаратах можно пробовать отбирать сивушное масло через 9 час. после начала отбора ректификованного спирта. В аппаратах средней производительности — через 12—15, даже 18 час., в аппаратах малой производительности только через 24 часа, а при малом содержании сивушного масла — даже через 48 час.

Отбор сивушного масла производят из парового пространства 4-й тарелки; его отбирают в виде сивушного пара по трубе 23 (см. рис. 25) в холодильник *л*; из него сивушная жидкость по трубе 24 идет в фонарь *фз*, где определяют ее крепость, которая должна быть около 70 и не ниже 50°. Из фонаря *фз* сивушная жидкость через тройник с вентилями (см. рис. 27) *д* и *е* поступает в маслоотделитель *м*; при этом к сивушной жидкости прибавляют воды из трубы 37 для того, чтобы получить эмульсию. По трубе *ж* (см. рис. 27) она поступает в маслоотделитель. В верхней расширенной части трубы *ж* спиртомером-волчком определяется крепость эмульсии; она должна быть в два раза меньше, чем в фонаре *фз*. Отсюда эмульсия сивушного масла стекает в трубу *э* (см. рис. 27) и, выйдя из нее, смешивается с нижним слоем жидкости маслоотделителя. Когда накапливается много сивушного масла, то по выходе эмульсии из трубы *э* (см. рис. 27) кверху всплывают шарики сивушного масла, которые и собираются вверх у стеклянного цилиндра маслоотделителя.

Если при отборе сивушного пара с 4-й тарелки крепость сивушной жидкости, поступившей в фонарь *фз*, равна 20—25° и эмульсия не образуется, а следовательно, не отделяется и сивушное масло, надо закрыть кран с 4-й тарелки и начать отбор через кран с 6-й тарелки. Налаженный отбор сивушного масла идет равномерно в течение нескольких часов. Изменения происходят только вследствие изменения крепости спирта на тарелках колонны, что и отражается тальпотасиметром. При постоянной температуре в колонне отбор сивушного масла протекает плавно, так как нижний слой из маслоотделителя автоматически отводится в выварную часть *ж* ректификационной колонны на 3-ю тарелку снизу.

Нижний слой жидкости в маслоотделителе состоит из спирта, воды и сивушного масла, растворенного в слабой спиртовой жидкости. Поэтому при разбавлении сивушной жидкости перед входом в маслоотделитель рекомендуется не понижать ее крепости больше чем вдвое. В противном случае при добавлении большого количества воды нижний слой слабой спиртовой жидкости будет слишком велик. Сивушное масло не будет выделяться, а останется в растворе и поступит обратно в ректификационную колонну.

Отделяющееся в маслоотделителе сивушное масло постепенно накапливается в стеклянном цилиндре. Когда накопится значительное количество (около $\frac{2}{3}$ или $\frac{1}{2}$ цилиндра), его выпускают из маслоотделителя по трубе *о* (см. рис. 27) через вентиль *п*. Для того чтобы поднять сивушное масло к открытому концу трубы *о*, нужно прикрыть кран *к*, которым регулируют отвод нижнего слоя.

Для более плавного подъема слоя сивушного масла устраивают дополнительный подвод воды к трубопроводу выше крана *л*, через который маслоотделитель опорожняется от жидкости. Впускаемая вода плавно поднимает содержимое маслоотделителя, и сивушное масло подходит к отверстию трубы *о*.

При впуске воды для подъема сивушного масла снизу маслоотделитель действует непрерывно. Кран *к* не только не закрывают, но открывают еще больше, чтобы сохранить нормальный уровень жидкости в маслоотделителе.

Количество отбираемого сивушного масла зависит от содержания его в спирте-сырце и правильности работы на аппарате. Количество его уменьшается, если оно уходит с люгтерной водой.

Налаженный аппарат может работать месяцами, пока не потребуются его остановить по какой-либо причине.

Во время работы наблюдают за тем, чтобы поступление спирта-сырца и отбор ректификата были равномерными. Полного баланса обычно не получается, так как в аппарате образуются потери. При составлении материального баланса за час работы аппарата недостаток спирта может быть равен 0,15—0,3% от количества поступившего в аппарат спирта. Эти потери являются результатом ухода примесей спирта, а иногда и самого спирта вместе с несгустившимися газами через воздушники конденсаторов.

3. Остановки и повторный пуск аппарата

Аппарат работает нормально и дает одинаковую по качеству продукцию при условии, что он точно отрегулирован и действует безостановочно возможно долгое время. Поэтому нужно принимать все предупредительные меры для сокращения числа остановок аппарата и допускать их только в случае крайней необходимости.

Внезапная остановка вследствие непредвиденной причины (например авария). В этом случае прекращают впуск спирта и воды по трубам 4 и 9 (см. рис. 25), закрывают пар на эпорационную и ректификационную колонны; немедленно закрывают краны на трубах 27 и 5 и фонарь для I сорта, затем краны на остальные фонари и на сивушных трубах 23 и 25 (см. рис. 25). Когда давление в колоннах спадет, закрывают воду на холодильники *к* и *л* и конденсаторы *г* и *и*. Избыток жидкости, имевшейся во время работы на тарелках ректификационной и эпорационной колонн, стечет вниз, и выварные камеры заполнятся спиртовой жидкостью.

При возобновлении работы пускают пар в ректификационную колонну, открывая паровой вентиль на трубе 35 не более чем наполоборота. Так как выварная камера заполнена и в нее добавляется конденсированный пар (вода), то отверстие трубы 36¹ обычно заполнено жидкостью, и следовательно, давление пара в паровой регулятор не передается. Поэтому внимательно наблюдают за нагревом конденсатора и. Как только он начнет нагреваться, пускают в него воду на полный кран и понемногу добавляют в колонну пар, пока конденсатор не будет нагрет на $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{3}$ его высоты сверху. Таким образом процесс в колонне происходит до тех пор, пока весь спирт не выварится из выварной камеры, где термометр должен показывать температуру 102—103°. Если термометра здесь нет, то доводят показания тальпотасиметра ^т выварной части колонны *е* — *ж* до 90—91°. Затем открывают кран на трубе 5 и постепенно выпускают люттерную воду, пока камера не начнет опорожняться (что будет видно по водомерному стеклу) и пока не начнут действовать паровой регулятор и пробный фонарь ϕ_5 ; тогда пускают пар в эпорационную колонну².

Когда жидкость в выварной камере эпорационной колонны закипит (начнет действовать тальпотасиметр), приоткрывают кран на трубе 27 и осторожно спускают эпорат в ректификационную колонну, наблюдая за тем, чтобы он успел вывариться до установления нормального уровня жидкости в камере, и лишь тогда открывают кран полностью.

Остановка в конце производства. При полной остановке аппарата все колонны его одновременно освобождают от спирта. Освобождение эпорационной колонны от спирта производят следующим образом. Приток спирта и воды на аппарат по трубам 4 и 9 (см. рис. 25) прекращают; нестерилизованный же спирт продолжает поступать до тех пор, пока в ректификационной колонне отбирают I сорт. Как только прекратят его отбор, тотчас же закрывают кран за наблюдательным фонарем y_2 и таким образом прекращают доступ нестерилизованного спирта в эпорационную колонну. С эпорационной колонны спирт отбирают через фонарь ϕ_2 для альдегидов и эфиров. Крепость спирта снижается по мере того, как колонна им беднеет. Отбор спирта с эпорационной колонны прекращают, когда крепость его в фонаре дойдет до 3°, для чего закрывают кран на трубе, подающей пар в колонну, а спустя 15 мин. прекращают подачу воды в дефлегматор и конденсатор эпорационной колонны.

¹ Иногда отверстие и трубы 44, если эта труба идет в эпорационную колонну из парового пространства выварной камеры ректификационной колонны; на рис. 25 труба 44 берет спиртовый пар из парового пространства верхней тарелки выварной части *ж*.

² Вываривание занимает очень много времени. Поэтому для ускорения работы полезно устроить от трубы 5 (перед краном) отводную трубку, по которой можно спустить жидкость непосредственно в особый сборник, а оттуда по охлаждению перекачать в напорный спиртовый резервуар.

Освобождение ректификационной колонны. Несмотря на то, что ректификационная колонна не получает спирта от эшпорационной колонны, все же I сорт отбирают до тех пор, пока он соответствует стандарту. Непастеризованный спирт отводят в эшпорационную колонну. Как только крепость I сорта упадет до 95° по объему и он станет нестандартным, перестают отводить непастеризованный спирт. После прекращения отбора I сорта отбирают спирт-сырец, направляя его в сборник бракованного спирта и ведут отбор через фонарь ϕ_1 . Крепость сивушиного спирта постепенно понижается. Когда она станет в два раза ниже нормы (40°), краны на трубах 23 и 25 закрывают. Затем весь содержащийся в колонне e — $ж$ спирт сгоняют через фонарь до крепости 3° , и только тогда закрывают паровой вентиль на трубе 35, а спустя 15 мин. и все краны на трубах, подводящих воду.

Пуск аппарата при возобновлении работы после продолжительной остановки. Если на тарелках колонны имеется жидкость, то прежде чем начать работать на спирте, надо на некоторое время пустить аппарат в работу на воде, чтобы убедиться в полной плотности его фланцевых соединений, на что требуется от $1\frac{1}{2}$ до $2\frac{1}{2}$ час. Перед пуском аппарата в работу холодильники, дефлегматоры, конденсаторы и нижние резервуары паровых регуляторов наполняют водой. Затем медленно, чтобы колонны прогревались постепенно, в выварные камеры колонн пускают пар. Когда колонны прогреваются, работу ведут так, как это изложено в разделе «Проба аппарата водой» (гл. VI), но быстрее, так как загрязнений в колоннах нет, а требуется только время, необходимое для детального осмотра всех фланцевых соединений аппарата. Осмотр этот производится дважды: после полного прогрева всего аппарата и начала действия его, а затем спустя некоторое время, чтобы во время работы точнее выявились неплотности соединений. После того как устранены все замеченные дефекты и можно быть уверенным в исправной работе аппарата, его переводят на работу спиртом, поступая согласно указаниям, приведенным на стр. 139.

II. РАБОТА НА НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩЕМ БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННОМ АППАРАТЕ БАРБЕ

I. Аппарат прямого действия

Особенностью аппарата прямого действия (см. рис. 30), как известно, является дополнительное оборудование, состоящее из бражной колонны δ , регулятора барды κ и измененного устройства выварной части a эшпорационной колонны, снабженной тарелками для перегонки бражки. Этими особенностями и обусловлен характер работы на аппаратах прямого действия.

Испытание аппарата водой и паром. Холодильники, дефлегматоры и конденсаторы наполняют водой и через $\frac{1}{2}$ —1 час проверяют их на отсутствие течи. Открыв все регарды выварной части a

эпюрационной колонны, бражной колонны δ и регулятор барды κ и убедившись в отсутствии засорений в сливных трубах, плотно устанавливают на свои места сливные стаканы. Затем пускают бражной насос и качают в выварную часть a тепловатую (бражной змеевик не должен потеть) воду, пока не начнет действовать регулятор барды. Проверив действие регулятора и убедившись в отсутствии течи в бражном змеевике при работе насоса, останавливают бражной насос и по стоянию воды на тарелках и в регуляторе наблюдают, нет ли поврежденных тарелок, и хорошо ли клапан регулятора прикрывает свое гнездо. Неплотно прикрытое гнездо в дальнейшем, особенно при переработке богатой шелухой бражки, может быть причиной частых остановок аппарата. После осмотра все регарды завинчивают¹ и пускают воду в ректификационную колонну, пока не начнет действовать отводчик конденсационной воды o (см. рис. 30). Проверив его, прекращают пуск воды, закрывают регарды и приступают к испытанию паром. Предварительно готовят паровой регулятор, для чего верхний резервуар устанавливают так, чтобы давление в паровом регуляторе было равно приблизительно 2 м вод. ст., и наполовину открывают дроссель-клапан. Когда поплавок находится в середине верхнего резервуара, проверяют ход движущихся частей. Убедившись в отсутствии «заеданий», наливают в нижний резервуар воду до половины его высоты.

Пар пускают одновременно в обе колонны; при этом открывают дроссель-клапан (или задвижку) для впуска пара в эпюрационную колонну из бражной колонны, так как эпюрационная колонна обогревается спиртовым паром с верхней тарелки бражной колонны.

Когда колонны прогреются и пар пройдет в конденсаторы $г$ и $и$, а в наблюдательных фонарях y_1 и y_2 покажутся струи конденсата, пускают в конденсаторы² воду с таким расчетом, чтобы они все время оставались горячими на $\frac{1}{3}$ высоты, считая сверху. Затем пускают тихим ходом бражный насос, подающий в данный момент воду вместо бражки. Отрегулировав ход насоса, пуск пара и воды так, чтобы в колоннах установилось определенное давление (приблизительно около 60—70 % от нормального) и чтобы конденсаторы были нагреты на $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{2}$ их высоты, перегоняют в аппарате воду в течение нескольких часов (2—4 часа) в зависимости от того, пускают ли его после обычного перерыва, или же после капитального ремонта, или при первоначальной установке. В последнем случае аппарат проверяют более длительный срок — примерно часов 6 и более. Во время перегонки воды наблюдают за работой колонны и остальных частей аппарата, осматривают все трубы и арматуру,

¹ Если в ректификационной колонне нет ни одной регарды, то вынимают в одном из краев, стоящих на трубе 19, пробку и, надев на получившееся отверстие резиновый рукав, наполняют водой тарелки для выварки погона выварной части ж.

² Через холодильники κ и $л$ по трубам 35 и 34.

пропускают через соответствующие краны жидкость во все фонари и проверяют действие кранов и вентиля маслопромывателя, подтягивают все фланцы (даже если они не давали течи и не пропускали пара) и делают возможные на ходу исправления.

Исправный и правильно собранный аппарат работает спокойно. Давление в нем держится устойчиво и ровно, без резких колебаний. Жидкость во всех фонарях течет плавно и легко поддается регулированию. Струйка из вентиля непастеризованного спирта ясно видна — она не должна прерываться и растекаться по стеклу смотрового фонаря. Последний должен быть всегда пустым. Наблюдательные фонари u_1 и u_2 при конденсаторах, независимо от величины струи конденсата, не должны заполняться больше чем наполовину, и жидкость из них должна вытекать совершенно свободно. Тальпотасиметры должны все время показывать 102—103°.

Всякие отклонения указывают на какие-то недочеты, которые нужно найти и устранить.

При пробе аппарата после капитального ремонта или первоначальной установки состояние внутренних частей колонн проверяют путем наблюдения за прогревом отдельных камер между тарелками. Для этого, в колонны наливают холодную воду; в испытываемую колонну медленно пускают пар и наблюдают за нагревом каждой отдельной камеры между соседними тарелками. При прохождении пара через воду на испытываемой тарелке должен быть слышен характерный шум (нужно приложить ухо к стенке царги у данной тарелки). Нагрев начинается внизу по высоте слоя воды. Когда вода закипит, быстро прогревается остальная часть камеры над тарелкой до вышележащей тарелки. Такое прогревание производится по всей колонне, снизу вверх, по мере подъема пара, впускаемого снизу колонны. Если в камере над какой-нибудь тарелкой шума не слышно, а камера быстро прогревается, значит, на тарелке нет воды. Если нагрев начинают сверху, над жидкостью тарелки, а на самой тарелке вода остается холодной, значит, пар в воду не поступает, и можно предположить, что колпачки неисправны. После испытания водой приступают к испытанию паром (см. стр. 138). Через 2—3 часа после начала работы аппарата на воде повышают давление в колоннах до нормального и проверяют чувствительность и действие парового регулятора. На этом испытание кончают. Останавливают бражной насос, закрывают постепенно пар, затем воду и приступают к исправлению замеченных недочетов. В это время устанавливают в фонарях спиртомеры-волчки и термометры и соединяют фонарь для I сорта ректификата с контрольным снарядом, а остальные фонари — с соответствующими сборниками. После этого аппарат готов для перегонки бражки.

Пуск аппарата и работа на нем. В колонны и другие части аппарата наливают воду (если они почему-либо опорожнялись после испытания), пускают пар и приводят аппарат в действие, как и при паро-водяном испытании. Пока аппарат приводят в действие,

в передаточный резервуар наливают бражку; когда эпорационная колонна *а—б* (см. рис. 30) полностью прогреется, а тальпотасиметр *г* на бражной колонне покажет температуру 100—101°, пускают тихим ходом бражный насос. Поступающая в выварную часть *а* эпорационной колонны бражка вытесняет с тарелок воду, выделяет головные примеси в сопровождении спирта и, спускаясь с тарелки на тарелку, переходит на верхнюю тарелку бражной колонны *д*, совершенно освобожденной от головных примесей. В бражной колонне *д* она продолжает переходить с тарелки на тарелку, причем из нее все время вываривается спирт. Как только температура по тальпотасиметру начнет понижаться, понемногу усиливают приток пара в бражную колонну *д* и постепенно давление в ней доводят до нормального. Одновременно (также постепенно) прибавляют ход бражного насоса и доводят показание тальпотасиметра до 95—94°, наблюдая по спиртомеру-волчку, чтобы спирт не уходил в барду. Подачу бражки выравнивают так, чтобы показание тальпотасиметра удерживалось на определенной температуре, по возможности без колебаний.

С этого момента эпорационная и бражная колонны работают полным ходом. Головные примеси, растворенные в спирте, выделяются в выварной части *а* и поднимаются в концентрационную часть *б* эпорационной колонны, далее проходят в дефлегматор и конденсатор и отсюда в виде погона возвращаются в эпорационную колонну. Таким образом часть *б* эпорационной колонны постоянно заполняется кипящей спиртовой жидкостью. Однако альдегиды и эфиры концентрируются очень медленно, и нередко требуется около суток для получения нормально сконцентрированных альдегидов и эфиров зеленоватого цвета и крепости 94—95°. Одновременно с эпорационной и бражной колоннами работает и ректификационная колонна, куда по трубе *21* поступает эпорированный спиртовый пар из бражной колонны *д*. Поэтому и в ректификационную колонну и в выварную камеру выварной части поступает пар, регулируемый вентилем от руки согласно показаниям указателя давления *с*.

Спиртовые пары из бражной колонны *д* поднимаются через колонну *е* до дефлегматора и конденсатора, где и конденсируются. Погон начинает идти в колонну, постепенно вытесняя воду, доходит до верхней тарелки выварной части *жс* и в ней начинает освобождаться от спирта, причем температура в выварной части колонны *жс* будет непрерывно понижаться. Этот момент нужно не упустить; надо успеть подготовиться к отбору спирта I сорта через соответствующий фонарь.

Когда тальпотасиметр выварной части колонны *жс* показывает температуру 85—86°¹, прикрывают кран непастеризованного спир-

¹ Точнее эту температуру устанавливают в процессе работы. Она должна быть возможно ниже — лишь бы спирт не уходил в люктерную воду.

та, чтобы струйка была не толще 3 мм¹, и через кран по трубе 15 пускают спирт в холодильник К, а отсюда — в фонарь ϕ_1 для I сорта и, наблюдая за температурой и крепостью его в фонаре, в контрольный снаряд и сборник. I сорт обычно бывает загрязнен и не выдерживает пробы. В этом случае удаляют трубу 16 и к холодильнику привинчивают заранее приготовленный патрубок с краном, на него надевают шланг и направляют спирт прямо в передаточный резервуар бражки². Из шланга периодически берут пробы. Когда пойдет чистый спирт, отбор его из колонны прекращают, устанавливают трубу на место и направляют спирт в фонарь для I сорта. Первые 5—10 дкл от промывки контрольного снаряда и труб пускают в сборник бракованного спирта, а затем переключают кран и направляют ректификат в сборник I сорта. Далее продолжают сгонку, как обычно, до первой вынужденной остановки аппарата.

Основным условием правильной сгонки является ее равномерность. Большое значение имеет работа бражного насоса, так как неравномерная подача бражки в колонну отражается на работе остальных частей аппарата.

Во время сгонки наблюдают за ходом бражного насоса, за показаниями тальпотасиметров, давлением в колоннах, нагревом конденсаторов и за отходящей водой из дефлегматоров.

Повышение температуры в колоннах (при прочих установившихся показателях) означает, что: 1) колонны разгружаются, т. е. что в эспирационную, а через нее в бражную колонны поступает недостаточное количество бражки, или 2) бражка содержит меньше спирта, или 3) из ректификационной колонны выводится спирта больше, чем в нее поступает. При уменьшении же температуры, наоборот, приходится в зависимости от того, в какой колонне произошло изменение, прибавлять или убавлять ход насоса, уменьшать или усиливать отбор ректификата. Перегрев конденсатора свидетельствует о том, что в него поступает недостаточно воды. Если же он охлажден чрезмерно, то необходимо уменьшить выпуск воды. Постепенным и осторожным изменением хода насоса, отбора I сорта и впуска воды можно так отрегулировать сгонку, что все показатели будут устойчивы не только часами, но и целыми сменами.

Отбор отходов начинают лишь тогда, когда они в достаточном количестве накопятся и сконцентрируются в колоннах, что наступает обычно через $\frac{1}{2}$ —1 сутки. Эфиры отбирают через трубы 12 и 13 и фонарь ϕ_2 (см. рис. 30). Крепкий сивушный спирт отводится по трубам 19 и 20 через холодильник Л и фонарь ϕ_3 . Обычно пользуются только верхним краном, т. е. отводят сивушный спирт из колонны е; сивушный спирт из нижнего крана, рас-

¹ Этот кран при пропуске аппарата оставляют открытым полностью и все время отводят через него часть погона в эспирационную колонну.

² Необходимо согласовывать с присутствующим при пуске аппарата инспектором по спирту.

положенного в верхней части колонны *ж*, имеет меньшую крепость и содержит много нерастворимого в воде сивушного масла, которое должно пройти через маслоотделитель. Сивушный спирт нормальной крепости (около 75—80°) бесцветен и обладает резко выраженным грушевым запахом (уксусноамиловый эфир); его направляют в сборник эфиров. Эфиры и крепкий сивушный спирт можно отводить непрерывно, установив замером часовое количество вытекающей жидкости. Удобнее отбирать периодически (через 1—2 часа) заранее установленное количество литров, отмеривая их в цилиндр фонаря, на стекле которого должны быть нанесены деления с точностью до 0,1 л; при таком методе учет точнее, и концентрация выше.

Сивушное масло, идущее в маслоотделитель, непрерывно отводится в виде паров из выварной части *ж* по трубам 17 и 18 через холодильник *л* и в тройник при маслоотделителе *м*. В тройнике сивушное масло разбавляется водой до крепости 20—25° и далее проходит в цилиндр маслоотделителя через успокоительную трубу в верхнюю часть медного корпуса маслоотделителя, где и расслаивается. Разбавление сивушного спирта контролируется волчком, плавающим в трубе *ж* (см. рис. 27).

Для отвода сивушного спирта из колонны открывают поочередно все имеющиеся на трубе 17 краны и, заметив тарелку, на которой масло наиболее сконцентрировалось, оставляют соответствующий кран открытым; иногда оставляют открытым и два соседних крана (см. рис. 30). Между холодильниками *л* и тройником маслоотделителя ставят фонарь (на рис. 30 его нет) для наблюдения за крепостью сивушного спирта.

При хорошей концентрации крепость сивушного спирта, отводимого из парового пространства в виде паров, должна быть около 70°, а при отводе в жидком виде — около 40°. При такой крепости сивушного спирта масло при промывке выделяется легко и обильно.

Количество отбираемых эфиров и крепкого сивушного спирта намечают заранее. На аппарате Барбе без особых затруднений можно получать при хлебно-картофельном производстве спирта около 97,5—98% стандартного ректификата при отводе 0,3—0,6% промытого сивушного масла и отборе 1,3—1,4% эфиров и 0,4—0,5% крепкого сивушного спирта.

При перегонке бражек, богатых головными примесями, отбор эфиров увеличивают за счет уменьшения отбора I сорта.

Непастеризованный спирт отводится в часть *б* эпорационной колонны в количестве 3—7%; количество это определяется при помощи измерительного стеклянного цилиндра, установленного на трубе 14 (см. стр. 145).

Как правило, нужно работать с возможно меньшим отводом непастеризованного спирта, так как вторичная перегонка вызывает лишний расход пара. Непастеризованный спирт должен выдерживать пробу Ланга не менее 1 мин.

Правильность отбора отходов контролируют, производя анализы I сорта и эшпората, для чего иногда ставят специальный холодильник (не показанный на рис. 30), так как эшпорат в ректификационную колонну поступает в виде пара.

При регулировании работы аппарата нужно иметь в виду, что всякое усиление эшпорации уменьшает производительность бражной колонны; усиленный отвод непастеризованного спирта понижает крепость спирта на верхних тарелках ректификационной колонны, а это может вызвать появление сивушного масла в ректификате.

2. Аппарат полупрямого действия

Особенность устройства, а отсюда и работы аппарата полупрямого действия (см. рис. 31) состоит в том, что поступающая в аппарат бражка после ее подогрева в змеевиках дефлегматоров направляется в бражную колонну. Здесь из нее отгоняется весь спирт.

Полученные спиртовые пары вводятся в эшпорационную колонну, где и подвергаются эшпорации. Из эшпорационной колонны спирт, называемый уже эшпоратом, отводится в ректификационную колонну в жидком виде.

Таким образом работа на этом аппарате отличается от работы на обычном непрерывно действующем брагоректификационном аппарате лишь тем, что в ректификационную колонну вводится жидкий спирт (эшпорат).

Порядок предварительного испытания описываемого аппарата водой, а затем паром — такой же, как и для аппаратов прямого действия. Условия для перегонки бражки значительно лучше; бражка поступает в бражную колонну с наиболее благоприятной температурой (60—65°), тогда как при прямом способе температура бражки вследствие отгона из нее головных примесей нередко равна 89—90°, что значительно затрудняет освобождение бражки от спирта и понижает производительность бражной колонны. Кроме того в аппарате прямого действия бражная колонна подает пар в ректификационную колонну, имеющую 40 тарелок; поэтому внизу бражной колонны приходится держать давление около 2 м вод. ст. В аппарате полупрямого действия спиртовый пар из бражной колонны поступает в середину эшпорационной колонны, а над ней стоит максимально 14—17 тарелок, а иногда только 10. Поэтому колонна работает при меньшем давлении, в 1,5 м вод. ст., а перегонка бражки идет значительно успешнее.

Особенностью аппарата полупрямого действия является также очистка спиртового пара от механически увлекаемых частиц бражки в камере предварительной очистки, находящейся над верхней тарелкой бражной колонны, и в ловушке 2 на спиртопаровой трубе 5 перед входом в эшпорационную колонну. Отделенные от спиртового пара частицы бражки из ловушки 2 отводятся по трубе 7 в бражную колонну. Наличие ловушки обеспечивает, как

уже указывалось ранее, хорошее качество ректификата и бесперебойную работу нижних частей (выварных секций) эпорационной и ректификационной колонн.

III. РАБОТА НА РЕКТИФИКАЦИОННОМ АППАРАТЕ ГИЛЬОМА

Работа на аппарате Гильома (см. рис. 28) несколько отличается от работы на аппарате Барбе. Наличие дополнительных колонн (колонны *о* для вторичной эпорации ректификата, служащей для окончательной очистки спирта-ректификата, и колонны *л* для концентрации сивушных масел и выделившегося этилового спирта, отводимого на эпорацию в колонну *б*), водяных регуляторов при дефлегматорах, несколько иное устройство наблюдательных фонарей, а также их расположение непосредственно у колонн, куда через них вводятся жидкости, — все это хотя и не слишком значительно, но изменяет метод работы.

Первоначальный пуск аппарата Гильома сложнее пуска аппарата Барбе. Проба водой и паром и налаживание работы аппарата имеют следующие особенности.

В эпорационную колонну *б* люттерная вода вводится не только на верхнюю тарелку собственно эпорационной (выварной) части колонны через наблюдательный фонарь *у*, но и через кран *бб* на одну из тарелок собственно альдегидной (концентрационной) части эпорационной колонны, когда получаемые в колонне альдегиды и эфиры оказываются повышенной крепости — выше 95°.

Из этой же колонны *б*, именно из концентрационной ее части, отводятся по трубе 23 в дополнительную колонну *л* хвостовые примеси, а по трубе 26 — промежуточные.

Из отгонной части эпорационной колонны, как и у аппарата Барбе, по трубе 29 отводится эпорат в выварную часть *ж*.

В эпорационную колонну *б* вводится по трубам спирт на перестройку: по трубе 14 — из конденсатора окончательной колонны, по трубе 16 — из конденсатора *ц* ректификационной и дополнительной колонн (по своему составу этот спирт отвечает непастеризованному спирту в аппарате Барбе); по трубам же 17 и 18 вводится из нижних резервуаров водяных регуляторов *ч*₁ и *ч*₂ излишек образовавшегося конденсата, насыщенный спиртовыми парами из дефлегматоров *з* и *в*.

Наличие этих трубопроводов влечет за собой дополнительный расход времени на уход за ними и на регулирование количества отбираемых жидкостей.

Работа ректификационной колонны, несмотря на то что в ней имеется аккумулятор, мало отличается от работы аппарата Барбе. Здесь приходится проверять плотность крана на трубе 68, через который в конце производства спускается вся жидкость из аккумулятора *и*, а также наблюдать за тем, чтобы как при испытании, так и при работе аппарата нижний кран трубы 68, стоящий на вводном штуцере погона из аккумулятора, всегда был открыт полностью.

Спирт I сорта отбирается из ректификационной колонны по трубе 69 со сборной тарелки нижней камеры дефлегматора и отводится на верхнюю тарелку колонны окончательной очистки о; однако встречаются аппараты, в которых труба, подводящая спирт I сорта, входит в середину колонны окончательной очистки о, что теоретически правильнее, так как тогда имеется концентрационная часть, где концентрируются отделяемые в колонне примеси.

На верхнюю же тарелку из конденсатора х колонны окончательной очистки по трубе 13 поступает погон, содержащий сконцентрированные (правда, в слабой степени) примеси. Поэтому качество выходящего ректификата может остаться без изменений. В этом случае подвод трубы в середину колонны о дает лучший по качеству ректификат. Окончательно очищенный ректификат отводится с первой снизу (большой емкости) тарелки, обогреваемой глухим паром (посредством змеевика или трубочки). Конденсационная вода из змеевика отводится через регулирующее запорное приспособление (кран или вентиль, не изображенный на рис. 28) в особый резервуар для конденсационной воды лз. Сивушное масло с 3 и 5-й тарелок, расположенных в нижней части ректификационной колонны е, отводится по трубе 24 в наблюдательный фонарь у₂ при дополнительной колонне л.

В дополнительной колонне (получающей сивушное масло из ректификационной колонны по трубе 24 и элюационной колонны по трубе 23 и промежуточные продукты из элюационной колонны по трубе 26) в результате работы получают:

1) крепкий спирт, нуждающийся во вторичной ректификации и по трубе 16 отводимый в элюационную колонну б через наблюдательный фонарь у, и

2) промежуточные продукты, по своему составу отвечающие сивушному спирту аппарата Барбе, отводимые по трубе 27 в холодильник к, а из него по трубе 28 в фонарь ф₂ и в сборник эфиров.

Сивушное масло отводится из колонны с трех разных тарелок по трубе 25 в маслоотделитель, а из него через фонарь ф₃ в сборник сивушного масла.

При пробе аппарата водой и паром, производимой так же, как и при пробе аппарата Барбе, включают кроме того две дополнительные колонны и ряд трубопроводов для проверки их работы. Начальная работа аппарата Гильома спиртом производится, так же как и аппарата Барбе, лишь к моменту отбора с ректификационной колонны ректифицированного спирта включают колонну окончательной очистки о. Ввиду того, что в последней до этого момента находится вода, первоначально получаемый спирт будет слабым, так как он представляет собой смесь спирта с водой. Поэтому первое время, пока не вытеснена вся вода из колонны о и не начнет получаться крепкий ректификат, отвечающий стандарту, отбор спирта-ректификата не производят. В это время из фонаря ф₁ водно-спиртовая жидкость по временному трубопроводу (резиновый

шланг) отводится в чан сырого спирта, откуда насосом *шз* она подается в напорный спиртовой резервуар и вновь подвергается ректификации. После того как в фонаре *ф₁* появится крепкий спирт, колонна *о* уже полностью включена в работу, и спустя 1 час можно начать отбирать по трубе *14* часть выделившихся из ректификата головных примесей.

Количество направляемого на переочистку по трубе *14* спирта не должно быть больше 0,5%; по качеству он должен быть выше непастеризованного спирта с аппарата Барбе и спирта, отбираемого по трубе *16* из конденсатора *ц*.

Если спирт, поступающий по трубе *69*, вводится в середину колонны *о*, то отбор его по трубе *14* нужно производить не через $\frac{1}{2}$ — 1 час после начала получения ректификата через фонарь *ф₁*, а через 5—6 час., чтобы дать примесям накопиться в верхней части колонны окончательной очистки и лишь после этого отводить в эпорационную колонну сильно концентрированные головные примеси, но также не больше 0,5% от часового отбора I сорта из фонаря *ф₁*.

Ввиду того что все колонны (кроме ректификационной) питаются паром из выварной камеры ректификационной колонны, первоначально пускают в работу на воде ректификационную колонну, а когда в ней образуется нормальное давление, включают эпорационную колонну, которую питают спиртом-сырцом.

Аппарат постепенно заполняется спиртом, так как полученный эпорат непрерывно поступает в ректификационную колонну. Колонны *о* и *л* заставляют первоначально работать на воде, чтобы в нужный момент можно было подать питание спиртовыми жидкостями и чтобы они сразу начали работать при давлении.

Дополнительную колонну включают последней — после того, как в ректификационной и эпорационной колоннах накопятся примеси, питающие эту колонну, на что требуется от 12 до 24 час. в зависимости от производительности аппарата. При малой его производительности для накопления этих примесей требуется больший срок, с ее увеличением срок уменьшается. Первоначально в дополнительную колонну *л* отводится сивушное масло. Оно идет по трубе *24* через наблюдательный фонарь *у₂*, в который подводятся промежуточные продукты из эпорационной колонны; отбирают сивушное масло также из трубы *23*, обычно из верхнего крана.

Количество отбираемых жидкостей весьма незначительно. Из колонны *е* отбирают примерно 2—4% сивушного масла по объему. Если в час получают 100 *дкл* ректификата I сорта, то сивушного масла в течение часа отводят не больше 2 *дкл*. В нем может содержаться около 30% сивушного масла, а остальные 70% составляет этиловый спирт, который после концентрации в этой колонне отводится по трубе *16* в эпорационную колонну на вторичную переработку.

Промежуточные продукты в количестве не больше 2% по

объему отводят по трубе 26, сивушное масло в количестве 1—2% по объему по трубе 23 из эпорационной колонны б направляют в дополнительную колонну л.

Общее количество подводимых в колонну жидкостей не должно превышать 10% по объему во избежание увеличения удельного расхода пара на получение ректификата. Нормальным поступлением спиртовых жидкостей в колонну л считают около 3% по объему.

По содержанию сивушного масла в ректификате I сорта судят о том, в достаточном ли количестве отводят его из ректификационной колонны. Если ректификат I сорта содержит увеличенное количество сивушного масла (хотя и не превышающее допустимого стандартом), то отбор его из колонны е увеличивают. Спустя 2—3 часа снова определяют содержание сивушного масла в ректификате и по данным анализа уменьшают или увеличивают его отбор.

Количество промежуточных продуктов и сивушного масла, отбираемого из эпорационной колонны, определяют пробой с салициловым альдегидом.

Проба эпората реактивом Молера показывает, достаточен ли отбор головных примесей (эфиров и альдегидов) через фонарь ф₃, но не дает указаний на присутствие промежуточных и хвостовых продуктов в местах их отбора.

Работу дополнительной колонны регулируют по давлению в ней согласно показаниям водяного манометра с. Давление в ней должно быть меньше, чем в колонне е—ж, примерно на 300—400 мм вод. ст.; обычно оно равно 1000—1200 мм вод. ст. Тальпотасиметр т должен постоянно (без колебаний) показывать 90°.

Если температура выше 90°, значит, из колонны выводится больше спирта, чем в нее поступает. Приближение же температуры к 85° свидетельствует о том, что конденсационная вода в фонаре ф₄ содержит спирт, и что из колонны л он отбирается в недостаточном количестве.

Из колонны л спирт начинают отбирать после того, как тальпотасиметр покажет 90°, а затем обнаружит тенденцию к понижению. В этом случае слегка открывают кран на трубе 16, чтобы спирт поступал в эпорационную колонну нормально. Спустя 2—3 часа открывают краны на трубе 25 и, смешивая поступающее в фонарь маслоотделителя м масло с водой, поступающей по трубе 65, наблюдают за образованием эмульсии и за выделением сивушного масла в виде шариков, всплывающих на поверхность. Эмульсию отводят по трубе 56 в цилиндр маслоотделителя, где она и разделяется на два слоя. Верхний слой сивушного масла охлаждается при помощи змеевика и отводится через фонарь ф₆ в сборник сивушного масла. Нижний слой направляют через кран трубы 30 из середины маслоотделителя в колонну л для удаления из него спирта. Для полного освобождения маслоотделителя открывают кран на трубе 30.

Дополнительная колонна *л* обогревается паром постоянного давления из выварной части *ж* ректификационной колонны. Питающие колонну жидкости всегда имеют постоянную температуру, и установить равновесие в работе колонны *л* не трудно. Сивушное масло выделяется в легко определяемом количестве (нормально 0,4—0,6% от получаемого с аппарата в час спирта). Промежуточных продуктов отбирают обычно 0,5—0,75% от количества спирта, получаемого с аппарата в час. Весь остальной спирт, введенный в течение часа в колонну *л*, отводится по трубе 16 в эпорационную колонну *б*. На неправильный отвод спирта быстро реагирует тальпотасиметр, в соответствии с показаниями которого и регулируют кран, стоящий на трубе 16.

Аппарат останавливают путем прекращения питания эпорационной колонны спиртом и лоттерной водой, затем перестают подавать пар как в ректификационную колонну *е—ж*, так и в остальные колонны, питаемые паром из выварной части *ж* ректификационной колонны. При этом запирают краны на трубах 58, 61 и их ответвлениях для отвода пара, служащих для отвода лоттерной воды, а также краны на трубе 29, питающей эпоратором ректификационную колонну, на трубе 69, подводящей ректификат в колонну окончательной очистки *о*, и на трубе 21, отводящей ректификат в холодильник. Краны закрывают у наблюдательных фонарей (на трубах 23, 24 и 26) дополнительной колонны, а также на трубе 25 у маслоотделителя. Спустя 10—15 мин. прекращают подачу воды в холодильник *к*, и вода перестает поступать во все конденсаторы и дефлегматоры аппарата. Когда, наконец, закрыты водяные краны на трубах 47 и 65, аппарат можно считать полностью остановленным.

Пуск аппарата после непродолжительной остановки, когда спирт из аппарата не выгонялся, осуществляется легко. Для этого сначала прогревают ректификационную колонну до тех пор, пока у нее не установится нормальное рабочее давление. Затем открывают кран на трубе 58 для спуска лоттерной воды и приступают к прогреву эпорационной колонны и колонн *о* и *л*. Когда эпорационная колонна прогреется полностью и в ней установится нормальное давление, открывают кран на трубе 29 для питания эпоратором ректификационной колонны *е—ж*, а когда прогреется колонна окончательной очистки *о*, и тальпотасиметр ректификационной колонны *е* будет показывать температуру 85—86°, открывают краны на трубах 69 и 21 и начинают отбирать I сорт. После установления в дополнительной колонне нормального рабочего давления открывают краны у наблюдательных фонарей *у* (на трубах 23, 24 и 26), а спустя 1/2—1 час открывают кран на трубе 25 у смесителя маслоотделителя *м*. Так как остальные краны, посредством которых регулируется отбор жидкостей, не закрывались, то как только накопится жидкость, они станут отводить ее, и аппарат начнет работать полностью. При остановке аппарата в конце производства или на ка-

питальный ремонт отгоняют из всех колонн весь спирт. Отгонка всего спирта на аппарате Гильома осуществляется иначе, чем в аппарате Барбе, благодаря наличию дополнительных колонн x и $л$. Дело в том, что из колонны окончательной очистки, введенной Гильомом, спирт не может быть отогнан без специальных приспособлений. К ним обычно не прибегают, а предпочитают весь спирт, находящийся в этой колонне, смывать продуктом ректификационной колонны, получаемым после отбора всего ректификата. После того как приступят к сгонке спирта из аппарата и в ректификационной колонне крепость опустится ниже стандартной, так что спирт не выдерживает пробы, прекращают выпуск пара в эмеевики колонны окончательной очистки. Вследствие этого на тарелках колонны прекращается кипение, но спирт из ректификационной колонны пропускается через колонну окончательной очистки и замещает крепкий спирт слабым. В итоге все содержимое колонны окончательной очистки вытесняется притекающей жидкостью, а так как емкость колонны окончательной очистки в несколько раз меньше емкости ректификационной колонны, то из колонны окончательной очистки спирт удаляется полностью. Во время пуска колонны окончательной очистки, так же как и при первоначальном пуске, когда в колонне после пробы на воде остается вода, разжижающая спирт, приходится довольно продолжительное время промывать тарелки крепким спиртом, пока на них не получится ректификат стандартной крепости.

Отгонка спирта из дополнительной колонны $л$ производится одновременно со сгонкой из ректификационной и эпорационной колонны, причем отгоняемый спирт выводится из колонны $л$ по трубе 16 в эпорационную колонну. Отгонка спирта из колонны $л$ должна продолжаться столько же времени, как и сгонка из остальных колонн, так как ректификационная и дополнительная колонны имеют один конденсатор $ц$, погон из которого поступает в колонну $л$.

Питание ректификационной колонны по трубе 29 осуществляется во все время сгонки; из эпорационной же колонны вместо эпората стекает лоттерная вода, которая и отводится через выварную часть ректификационной колонны. Питание дополнительной колонны $л$ прекращают одновременно с прекращением питания спиртом-сырцом эпорационной колонны. Для этого закрывают краны на трубах 23, 24, 25, 26 и 27 и только кран на трубе 16 оставляют открытым до окончания сгонки спирта. Сгонку спирта прекращают, когда жидкость в фонарях $ф_1$ и $ф_2$ содержит его не более 3° (объемных).

Из изложенного видно, что принцип работы на обоих аппаратах (Гильома и Барбе) одинаков. Только Гильом предпочитает возможно быстрее удалить из ректификационной колонны сивушное масло, чтобы гарантировать полное отсутствие его в готовом ректификате. Гильом даже из эпората старается отобрать часть хвостовых и промежуточных продуктов.

IV. РАБОТА НА БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННОМ АППАРАТЕ ГИЛЬОМА

Работа брагоректификационного аппарата Гильома складывается из работы непрерывно действующего ректификационного аппарата и бражной колонны. Это происходит вследствие непрерывности подачи в эпорационную колонну спиртового пара из бражной колонны. Непрерывная же подача спиртового пара в свою очередь зависит от непрерывной подачи бражки, являющейся не только источником получения спиртового пара, но и охлаждающей жидкостью для дефлегматора эпорационной колонны.

Подачу пара для обогрева бражной колонны аппаратчик регулирует (см. рис. 32) от руки, что неудобно. Поэтому обычно у бражной колонны ставят паровой регулятор.

Испытание аппарата паром и водой, налаживание и регулирование его работы проводятся так же, как на ректификационных аппаратах Барбе и Гильома. Предварительный осмотр бражной колонны, ее подготовка, испытание паром и водой и работа подробно изложены выше (стр. 149).

Отличие непрерывно действующего ректификационного аппарата Гильома от брагоректификационного аппарата его же системы заключается в том, что в последнем имеется еще и бражная колонна. Бражка находится только в бражной колонне, в отгонной же секции эпорационной колонны имеется жидкий спирт-эпорат, который и отводится в выварную часть ректификационной колонны *е—ис* для выварки спирта.

V. ПРИЧИНЫ НАРУШЕНИЯ НОРМАЛЬНОЙ РАБОТЫ НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИХ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ И БРАГОРЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ И СПОСОБЫ ИХ УСТРАНЕНИЯ

Нормальная работа брагоректификационных аппаратов чаще всего нарушается при переработке бражки, содержащей сравнительно большое количество примесей (кожуру, шелуху, солому, ботву, завязки от мешков и т. д.).

При ректификации спирта-сырца нарушения нормальной работы аппарата происходят редко и имеют место только при порче и неисправности отдельных частей аппарата (засорение трубопровода, износ сливной трубки или колпачков на тарелке и т. д.).

В этом разделе излагаются причины ненормальной работы только брагоректификационных аппаратов.

Устройство ректификационной и эпорационной частей одинаково в аппаратах всех типов. Знание причин ненормальной работы и умение устранить их в брагоректификационных аппаратах дает возможность установить и устранить причины ненормальной работы и ректификационного аппарата.

1. Засорение бражной колонны

Бражки, приготовленные из малокрахмалистых и особенно из необрушенных кожурных материалов, хотя бы и дробленых (ячмень, овес, рис и др.), содержат мало спирта и много шелухи, что делает их малоподвижными, густыми. Поэтому при спуске из бродильных чанов их сильно разбавляют водой, чем еще больше понижают их крепость. Бражный насос приходится пускать с увеличенным числом оборотов, что ухудшает всасывание бражки и ведет к частым перебоям в его работе. Вследствие малой теплопроводности шелухи бражки плохо вывариваются, и при обычных температурах сгонки в барде показывается часто спирт; в результате производительность аппарата падает. Работу бражной колонны приходится форсировать, для чего увеличивают давление в ней и поднимают, следовательно, паровой регулятор. В сильно разбавленной бражке шелуха делается, как говорят «стромкой», т. е. неползучей, быстро тонет и плотно залегает на дне тарелок. Остановки бражного насоса в этом случае особенно часты, так как вследствие прекращения движения жидкости на тарелке шелуха залегает на ней и закрывает выход из сливных трубок.

Во избежание засорения бражной колонны необходимо прежде всего хорошо размешивать бражку при спуске из бродильных чанов и в передаточном резервуаре и возможно меньше разбавлять водой; кроме того устраивать приспособление для впуска горячей воды в бражную трубу над смотровым фонарем. Как только насос останавливается или перестает брать бражку, надо немедленно пустить в трубу воду, и движение бражки на тарелках не прекратится, шелуха будет смываться, и засорения не произойдет.

Шелуха скопляется также в регуляторе барды. Поэтому его нужно возможно чаще продувать, приподнимая вручную поплавки.

При расслоении бражки в бродильных чанах для облегчения спуска густой части не следует разжижать ее водой. В бродильный чан надо впускать жидкую часть из соседнего очередного чана, который должен идти на сгонку, и разбалтывать в ней гущу. При таком способе шелуха свободно проходит по трубам, что облегчает перегонку бражки.

При перегонке просяных бражек замечается унос шелухи в ловушку и даже в элюрационную колонну. В этом случае часто забивается труба, отводящая бражку из ловушки, поэтому надо соблюдать большую осторожность при форсировании перегонки.

При перегонке легко перерабатываемых жидких, подвижных бражек с нормальным содержанием спирта (около 9%), как-то: кукурузных, просяных из обрушенного проса и картофельных, бражная колонна засоряется через 15—30 дней, что обнаруживается по повышенному давлению в ней.

Для чистки бражной колонны останавливают бражный насос и понижают давление в ней на $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$ нормального, затем пускают

воду в конденсатор ректификационной колонны на полный кран и, если нужно (во избежание перегрева конденсатора), уменьшают подачу пара в ректификационную колонну, но в ней давление не понижают.

Так продолжают работать до тех пор, пока из бражной колонны не выварится весь спирт и тальпотасиметр на верхней бражной тарелке не покажет температуру 101°. Тогда колонну выключают, т. е. прекращают подачу в нее пара.

Когда давление упадет, закрывают шибер¹ на спиртопаровой трубе.

Остаток давления в бражной колонне спускают через регулятор барды, для чего поднимают поплавок. Колонне дают несколько остыть и вскрывают ее для чистки и промывки.

Ректификационная и эюрационная колонны продолжают работать до тех пор, пока из них не будет отобрано некоторое количество спирта. Показание тальпотасиметра ректификационной колонны обычно доводят до 90—92°, закрывают фонарь для I сорта и колонны останавливают, прекращая подачу пара. Закрывают краны: на трубе, отводящей эюрат из эюрационной колонны, на трубе, отводящей люттерную воду из ректификационной колонны, и, наконец, на трубах к остальным фонарям и на сивушных трубах. Когда давление в колоннах упадет, прекращают подачу воды в холодильники и конденсаторы. Избыток жидкости, имевшейся во время работы на тарелках ректификационной и эюрационной колонн, сойдет вниз, и нижние их камеры заполнятся спиртовой жидкостью.

Чистка и промывка бражной колонны осуществляются следующим образом. В бражную колонну впускают холодную воду (для охлаждения ее), отвинчивают регарды, вынимают сливные стаканы, прочищают все паровые щели и затем сильной струей воды из шланга тщательно смывают всю прилипшую бражную гущу. С тарелок удаляют все примеси (солому, камешки, песок и пр.). Убедившись, что сливные трубки не засорены, устанавливают плотно на место сливные стаканы, завинчивают регарды и наполняют водой все тарелки бражной колонны.

Одновременно промывают (если нужно) холодильники, дефлегматоры и конденсаторы и производят необходимый планово-предупредительный ремонт.

Аппарат пускают так же, как и при первом пуске, причем в выварных камерах всех остальных колонн имеется часть спирта, попавшая сюда с верхних тарелок. Последнее обстоятельство имеет особенно важное значение для ректификационной колонны, из которой питаются паром остальные колонны.

Накопившаяся в выварной камере ректификационной колонны спиртовая жидкость закрывает отверстия для пуска пара в осталь-

¹ Если шибера нет или он не держит пара, то одновременно с бражной колонной останавливают и выключают эюрационную колонну.

ные колонны и паровой регулятор. Вываривание этой жидкости отнимает много времени. Поэтому для ускорения пуска аппарата полезно устраивать трехходовой кран на отводящей люттерную воду трубе, по которой можно спустить жидкость в особый сборник, а из него — в бражку передаточного резервуара. Это даст возможность прогревать все колонны аппарата одновременно и быстрее, чем при вываривании жидкости выварной камеры ректификационной колонны. Паровой регулятор в это время не действует и не показывает давления в колонне; пар пускают медленно от руки, во избежание создания чрезмерно большого давления в колонне. Поэтому внимательно наблюдают за нагревом конденсатора ректификационной колонны. Как только он станет нагреваться, пускают воду на полный кран и увеличивают поступление пара в ректификационную колонну, пока конденсатор не нагреется на $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{3}$ высоты. Так колонна должна работать, пока из выварной камеры не выварится весь спирт и тальпотасиметр ректификационной колонны не покажет 90—91°. После этого открывают кран на трубе для спуска люттерной воды и постепенно ее выпускают. Выварная камера начинает опоражниваться (что видно по водомерному стеклу), приходят в действие паровой регулятор и пробный фонарь ректификационной колонны. Тогда пускают пар в эпорационную колонну. Когда жидкость в выварной камере эпорационной колонны закипит (что узнают по показаниям тальпотасиметра этой колонны), приоткрывают кран на трубе, отводящей эпорат в ректификационную колонну, и осторожно спускают эпорат, наблюдая за тем, чтобы он успевал вывариться до опорожнения выварной камеры эпорационной колонны, после чего открывают кран полностью.

В бражную колонну пускают пар с таким расчетом, чтобы она прогрелась к моменту прогрева половины эпорационной колонны. При показании тальпотасиметром бражной колонны 97—98° пускают бражный насос и дальше регулируют и ведут сгонку, как уже было изложено ранее. Спирт направляют сразу в сборник I сорта, так как он получается стандартного качества. После очистки бражной колонны аппарата Гильома включают колонну окончательной очистки одновременно с ректификационной; к моменту отбора спирта I сорта она должна работать уже нормально. Дополнительную колонну включают на час позже остальных колонн в целях концентрации примесей, отводимых в нее.

2. Перебон в работе бражного насоса

Насос не берет бражку, если он неисправен или если под шаровые клапаны попали твердые предметы (несваренный картофель, солома, щетки, тряпки, щепки, камешки и пр.).

Бражный насос является основным регулятором сгонки, поэтому необходимо содержать его в полной исправности, своевременно заменять испорченные части, следить за сальниками, не допускать

попадания в бражку крупного сора (для этой цели над бражным резервуаром устанавливаются цедильные решетки). Если насос работает с перебоями, то охлаждение дефлегматора ухудшается, конденсаторы перегреваются, давление в колонне повышается, и регуляторы уменьшают приток пара, отчего ухудшаются эпорация и ректификация. Кроме того, часть излишков погона стекает с тарелок вниз, и получается потеря спирта в люттерной воде; закрыть же выход люттерной воды нельзя, так как это приведет к заполнению выварной камеры и остановке аппарата.

При работе насоса с перебоями необходимо: 1) уменьшить подачу пара на бражную колонну и снизить в ней давление до половины нормального; 2) полностью открыть кран на трубе, подающей воду в ректификационную колонну, и, если нужно, уменьшить подачу пара, сохраняя нормальное давление; 3) если остановка продолжительна, прекратить отбор I сорта и 4) при переработке бражки, богатой шелухой, открыть кран горячей воды на бражной трубе (если имеется соответствующее приспособление).

3. Засорение сливных трубок в бражной колонне

Скопление бражки на тарелке с засоренной сливной трубкой, своевременно неликвидированное, может привести к заполнению всего пространства бражной колонны. Отсюда бражка может быть переброшена спиртовым паром в эпорационную колонну, а затем с жидким эпоратом — и в ректификационную колонну.

При засорении сливных трубок, так же как и при засорении бражной колонны, давление повышается, паровой регулятор уменьшает подачу пара, уровень воды в манометрическом стекле резко колеблется. Даже при малой подаче бражки в колонну температура (по тальпотасиметру) быстро падает, а конденсатор эпорационной колонны сильно охлаждается. Вода из парового регулятора часто выбрасывается вследствие повышения давления в дефлегматоре и соответственно — в бражной колонне.

Постукиванием по колонне легко определить место засорения. Ликвидируют засорение сливных трубок так же, как и засорение бражной колонны.

4. Перебон в работе регулятора барды

Если барда не уходит из бражной колонны, это означает, что не работает ее регулятор из-за неисправности (износа) поплавка, либо вследствие поломки верхней шпонки, удерживающей поплавок на клапанном штоке (поплавок всплывает, а клапан остается на месте), либо из-за накопления шелухи.

Признаками неисправности регулятора являются: сначала резкое колебание уровня воды в манометрическом стекле, затем повышенное давление в колонне, вызывающее выбрасывание барды в паровой регулятор. В результате регулятор так засоряется, что его

приходится разбирать для чистки; засорение регулятора может повлечь за собой повреждение бражной колонны и засорение остальных колонн аппарата.

Для приведения регулятора в исправность останавливают аппарат, промывают его и поступают так, как при засорении бражной колонны.

5. Недостаток воды в водонапорном баке

Недостаток воды вызывает перегрев конденсаторов, что является причиной выхода паров спирта через воздушники. Причинами отсутствия воды могут быть порча водяного насоса и несвоевременный его пуск. Если количество воды в баке быстро уменьшается и в нем остается вода на одну четверть емкости, лучше всего остановить аппарат, поступая так же, как обычно поступают при внезапной остановке. Пускать аппарат можно лишь после того, как устранена причина неподачи воды и наполнены водяные баки.

6. Переполнение бражной колонны бражкой

При перегонке бражки из кожурного сырья, разбавленной водой, часто наблюдается переполнение бражной колонны. Аппаратчик, стремясь сохранить установленные показания тальпотасиметра, усиливает подачу бражки, вследствие чего она не успевает стекать на нижеследующие тарелки.

В этом случае наблюдаются те же явления, как и при засорении сливных трубок. В барде появляется спирт.

Для устранения этих явлений нужно уменьшить ход насоса, повысить температуру на верхней бражной тарелке и следить за тем, чтобы отгонка была полной (чтобы в барде не было спирта).

Подобные явления наблюдаются при поступлении в колонну холодной бражки (ниже 40°). Поэтому целесообразно устанавливать термометр на трубе, по которой бражка поступает в колонну, и регулировать подачу так, чтобы бражка не была холоднее 40—42°.

7. Течь в бражных змеевиках

Повреждение змеевиков внимательный аппаратчик замечает своевременно. Признаком повреждения служит появление в фонаре ректификата I сорта (а при течи в змеевике эспирационной колонны — в крепком сивушном спирте) плавающих мелких белых аморфных частичек, представляющих собой свернувшиеся в крепком спирте белки и декстрины жидкой части бражки. Количество их вначале совершенно незначительно, и заметить их можно только при внимательном наблюдении, но с каждым днем количество их увеличивается, и в фонаре появляется уже ясно видимая белая муть. До этого времени спирт обычно выдерживает все пробы.

В этом случае аппарат останавливают, освобождают змеевик от бражки, затем хорошо промывают его водой и после этого испытывают гидравлическим давлением.

Течь в дефлегматорах, конденсаторах и холодильниках обнаруживается на ходу по понижению крепости спиртов при нормальном ходе работы.

8. Появление белой мути и зерновой шелухи в крепком сивушном спирте

В крепком сивушном спирте и в жидком сивушном масле при отборе их с тарелок иногда появляется белая муть и зерновая шелуха. Последняя обычно перебрасывается вместе с бражкой через ловушку из бражной колонны в эпорационную, а отсюда смывается эпоратором в ректификационную колонну. Как уже упоминалось выше, это может случиться при закатке колонны или засорении сливных трубок. Малый переброс бражки в течение короткого времени проходит без осложнений — колонна промывается сама собой погоном и эпоратором.

Длительный переброс может повлечь за собой засорение сливной трубки в выварной части ректификационной колонны. В этом случае нормальная работа ректификационной колонны нарушится, и для ее восстановления требуется прочистка сливной трубки, что связано с разборкой ректификационной колонны и выпайкой тарелок, если забившаяся сливная трубка находится в тарелке, расположенной в середине царги.

Необходимо тщательно наблюдать за работой бражной колонны, чтобы не было перебросов.

9. Заполнение выварной камеры ректификационной колонны люттерной водой

Выварная камера заполняется люттерной водой при порче автомата-отводчика люттерной воды, если закрыт кран на отводной ее трубе, а при сифонном отводе — при его неправильном регулировании. Так же, как при неисправности бражной колонны, сначала наблюдается резкое колебание уровня воды в указателе давления, а затем выбрасывание ее из парового регулятора.

Работа аппарата может серьезно разладиться. Люттерная вода закроет отверстие трубы, передающей давление в паровой регулятор, и трубы, подводящей пар в выварную камеру эпорационной колонны. Впуск пара в эпорационную колонну прекратится. Вследствие нарушения работы парового регулятора в ректификационную колонну может поступать избыток пара, который сорвет колпачки на тарелках, перебросит сивушный спирт в зону ректификации и испортит его.

Для восстановления нормальной работы аппарат останавливают на короткое время; при этом поступают так же, как в случаях всякой внезапной остановки.

10. Недостаточное охлаждение дефлегматоров и конденсаторов

Иногда случается, что при наличии воды в водонапорном баке и достаточно открытых водяных кранах дефлегматоры и конденсаторы оказываются перегретыми, и в воздушниках выделяется спиртовой пар, что опасно в пожарном отношении и вызывает недопустимые потери. Перегрев дефлегматоров и конденсаторов может быть результатом засорения водяного трубопровода либо загрязнения поверхности охлаждения слизью или накипью.

Для проверки состояния водяного трубопровода нужно полностью открыть водяной кран и затем быстро закрыть его. При свободном токе воды в трубе получится сильный удар, следовательно, загрязнены поверхности охлаждения дефлегматоров и конденсаторов; если же удара нет или он слабый, значит, загрязнены трубы.

Для прочистки труб нужно остановить аппарат. Охлаждающие трубы дефлегматоров и конденсаторов можно прочистить на ходу (соответствующими щетками). Для прочистки водяных коммуникаций вообще полезно иметь приспособление для продувки их паром.

11. Выбрасывание спиртовой жидкости через воздушники конденсаторов

Выбрасывание спиртовой жидкости через воздушники наблюдается при заполнении наблюдательного фонаря при конденсаторе-эпюрационной колонны. Эфиры выталкиваются вырывающимися из него газами.

Причинами заполнения фонаря могут быть следующие: 1) несвободный сток жидкости по трубке, отводящей излишек конденсата в эпюрационную колонну; при стесненном же проходе паров из колонны в дефлегматор вверх колонн создается давление, задерживающее сход погона; 2) засорение внутренних перегородок дефлегматора нагарами.

Для устранения потерь эфира на воздушной трубе должно быть расширение. Чистка же перегородок возможна лишь в период ремонта. Как временную меру, можно рекомендовать продувку паром внутреннего межтрубного пространства в направлении, обратном движению в нем спиртовых паров, или кипячение в нем 2—3%-ного раствора каустической соды, в результате чего значительная часть нагара отстает, часть распадается в порошок и вымывается водой. Засорение нагаром сплошных перегородок снижает производительность аппарата.

12. Перелив сивушного масла через фонарь, стоящий перед маслоотделителем

Перелив сивушного масла через фонарь, стоящий перед маслоотделителем, происходит большей частью из-за засорения тройни-

ка или металлической сетки в трубе, по которой сивушная эмульсия (смесь сивушного масла с водой) поступает внутрь маслоотделителя.

При обнаружении перелива прекращают отбор сивушного масла, для чего закрывают вентиль перед тройником смесителя и полным крапом пускают в него воду; вода польется в обратном направлении и вымоет через маслоотделитель грязь, причем одновременно промывает и сетку. Если после такой промывки перелив не исчезнет, значит сетка покрылась слизью и не пропускает свободно жидкость; в этом случае снимают крышку маслоотделителя и прочищают сетку.

13. Плохое расслоение сивушного масла в маслоотделителе

Сивушное масло плохо или совсем не расслаивается в маслоотделителе по ряду причин, чаще всего вследствие того, что оно мало разбавлено водой. В результате в маслоотделителе собирается крепкая спиртовая жидкость, которая растворяет сивушное масло, и оно уходит обратно в колонну.

Причиной плохого расслоения сивушного масла является также перемещение зоны концентрации сивушного масла в колонне выше или ниже отводящих крапов при ненормальной загрузке колонны. Обнаруживается это по показаниям тальпотасиметра и по крепости сивушного масла в фонаре. В этом случае нужно загрузить колонну спиртом, и сивушное масло начнет расслаиваться в маслоотделителе.

14. Нарушение работы сифона маслоотделителя

Исправно работающий сифон иногда внезапно перестает отводить в колонну жидкость из маслоотделителя. Это явление наблюдается при закупорке отводной трубки в случае употребления резиновых прокладок на свертках. Резина, особенно в трубопроводах сивушного масла, разбухает настолько, что сильно суживаются и даже совершенно закупориваются проходы.

15. Плохое стекание эфиров и крепкого сивушного спирта из фонарей в сборники

Плохое стекание эфиров и крепкого сивушного спирта из фонарей в сборники может быть результатом закупорки прохода в трубе прокладкой между фланцами. Обычно в прокладках отверстие делается небрежно, диаметр его часто бывает меньше диаметра трубы. Прокладка, напитавшись жидкостью, набухает, и проход еще больше сокращается. Кроме того плохой сток жидкости может быть следствием провеса (погнутия) трубопровода:

16. Порча тальпотасиметров

Тальпотасиметры с течением времени дают неправильные показания, и поэтому их необходимо проверять согласно приложенным к ним инструкциям.

Тальпотасиметры, наполненные серным эфиром, портятся от его утечки. Они показывают пониженные температуры и создают впечатление перегруженности колонны.

Неисправность обнаруживается по отсутствию спирта в барде или в люттерной воде.

Проверить прибор на ходу можно следующим образом: надо остановить бражный насос и отогнать из бражной колонны весь спирт; исправный тальпотасиметр должен показать 101—102°. При попытке разгрузить ректификационную колонну до нормального показания тальпотасиметра крепость сивушного масла быстро понижается и доходит до 0°.

Неисправность тальпотасиметра на бражной колонне лишь на некоторое время понижает производительность аппарата. Неисправность же этого прибора в ректификационной колонне может привести к довольно серьезным последствиям. Если тальпотасиметр показывает, что колонна все более и более загружается, то невнимательный аппаратчик усиливает отбор I сорта, причем может понизить крепость спирта до того, что сивушные масла прорвутся в ректификат и испортят его. Это легко может произойти при наличии трубчатого холодильника и фонаря сист. Бормана, которые по своей конструкции не дают возможности следить за крепостью спирта в момент, близкий к выходу его из колонны.

VI. МЕРОПРИЯТИЯ, ПРЕДУПРЕЖДАЮЩИЕ БЫСТРЫЙ ИЗНОС АППАРАТА

Брагоректификационные аппараты в связи с большей кислотностью бражки (по сравнению со спиртом-сырцом, полученным с брагоперегонных аппаратов) подвергаются большей коррозии, чем ректификационные аппараты.

Бражная колонна изнашивается главным образом от механических причин (шлифуется песком и камешками, попадающими в бражку). Проверка состояния бражной колонны не представляет труда, так как она доступна для осмотра.

Спиртовые колонны, наоборот, почти не подвергаются механическим воздействиям, если не считать вибрацию; они изнашиваются только от коррозии.

В ректификационной колонне наибольшему разъеданию подвергаются нижние $\frac{2}{3}$ выварной части ректификационной колонны. Почти в такой же мере разъедаются части эпорационной колонны, расположенные выше входа в нее паров из бражной колонны, а также внутренние поверхности соединенных с нею дефлегматора

и конденсатора эспирационной колонны. В остальных местах разъедание слабее. В концентрационной части ректификационной колонны коррозия ослабляется по мере подъема вверх. На тарелках, где кипит ректификат, в дефлегматоре и конденсаторе ректификационной колонны коррозия очень невелика.

Отдельные детали аппарата в зависимости от свойств и качеств материала, из которого они сделаны, разъедаются очень неравномерно: например на малоизношенной тарелке в нескольких местах образуются дыры или на одной и той же тарелке среди исправных колпачков оказываются разрушенные и т. д.

Средством против коррозии является лужение оловом марки 02 с содержанием чистого олова не менее 99,75% и свинца не более 0,1% при общем содержании примесей не более 0,25% (такое олово применяется для лужения посуды).

Оловом 03 и 04 ни в коем случае нельзя лудить ректификационные аппараты, так как содержание свинца в этих марках олова достигает 0,5—1,5%. Повышенное содержание свинца вредно потому, что свинец легко разлагается спиртовыми парами, содержащими несгорающиеся газы и углекислоту; образуется сернистый свинец, и полуда быстро чернеет.

Следует иметь в виду, что оловянная полуда в верхних частях ректификационной колонны служит 10 и более лет; в местах же наибольшего разъедания она не выдерживает и года.

Автору довелось видеть внутренность колонны окончательной очистки ректификационного аппарата Гильома, проработавшего 30 лет. Вся полуда (из чистого олова) выглядела совершенно новой, хотя аппарат работал в таких неблагоприятных условиях, что колонну для выварки погона и первую царгу концентрационной части эспирационной колонны пришлось дважды менять.

При ремонтах, да и при постройке новых аппаратов, часто экономят олово при полуде, добавляют свинец, доводя содержание его до 33—50%, и лишь в редких случаях ограничиваются 15—17%. Через 20—30 дней после начала работы аппарата такая полуда оказывается почерневшей.

Чистое олово, применяющееся для лужения аппаратов, а также стружку верхнего слоя полуды надо подвергать следующему упрощенному качественному анализу. Для этой цели кладут в пробирку крупинки испытуемого олова, наливают чистую соляную кислоту (уд. веса 1,12) и прибавляют несколько капель азотной кислоты. Когда олово растворится, в пробирку наливают несколько капель серной кислоты (уд. веса 1,84). Если олово чистое, то жидкость остается прозрачной. Если же в олове содержится больше 0,1% свинца, то появляется белая муть. Такое олово для лужения аппарата не годится.

Спиртовые части аппарата должны быть под постоянным контролем, но так как они недоступны непосредственному осмотру, то приходится руководствоваться косвенными признаками.

Важным фактором, определяющим состояние частей, является срок их работы. Из практики известно, что состояние отдельных частей брагоректификационного аппарата может внушать опасение через 7—8 лет после начала работы, а состояние ректификационных аппаратов — через 15—30 лет.

Некоторые указания может дать испытание водой после остановки аппарата на ремонт. Для этого снимают изоляцию, на все тарелки колонны наливают холодную воду, в колонну пускают пар и наблюдают за нагревом каждой отдельной камеры между тарелками (подробно этот метод описан выше).

Для непосредственного осмотра прибегают к частичным разборкам. Так например, из разных мест дефлегматоров и конденсаторов вынимают несколько охлаждающих трубок и по состоянию их судят о состоянии остальных трубок, а также о состоянии внутренних стенок и решеток.

Снимают также отдельные царги колонн и осматривают открывающиеся при этом тарелки. Этот осмотр вследствие неравномерности разъедания частей аппарата может иногда ввести в заблуждение, и вдобавок он сопряжен с большими затратами. Поэтому для наблюдения за тарелками полезно и даже необходимо при изготовлении аппаратов или во время капитального ремонта в местах наибольшего их разъедания вделывать хотя бы по одной регарде в царге против каждой тарелки.

Единственно надежным мероприятием, предупреждающим быстрый износ аппарата, является нейтрализация бражки, в особенности зрелой, имеющей кислотность выше 0,7 мл нормального раствора едкого натра по Дельбрюку. При плохом ведении технологического процесса на спиртовом заводе кислотность зрелых бражек нередко достигает 2 мл нормального раствора едкого натра по Дельбрюку.

Предварительная нейтрализация сильнокислотной бражки до остаточной кислотности 0,4—0,6 мл обязательна. Между тем при наличии медной бражной колонны в аппарате нейтрализацию и в этом случае считают излишней, не учитывая того, что коррозия подвергается не только бражная колонна, но и эшюрационная и ректификационная колонны, так как содержание органических кислот в спиртовых парах повышается.

В ректификационные цехи нередко поступает спирт-сырец с повышенной кислотностью. Его обязательно следует нейтрализовать для предохранения аппарата от коррозии. Нейтрализацию надо проводить очень осторожно. Если раствор после нейтрализации получится щелочной, то при кипячении азотистые тела выделяют свободные амины, неприятный запах которых трудно удалить из ректификата. Кроме того они образуют с медью синие соединения и окрашивают спирт.

Амины, соединяясь с альдегидами, образуют продукты их уплот-

нения, которые могут залепить колонну или окрасить в желтый цвет спирт, отбираемый из колонны.

Если же раствор после нейтрализации получается кислый, то образуются эфиры, и каждая неразложенная частица уксуснокислого аммония реагирует с крепким спиртом, образуя этилоуксусный эфир и выделяя свободный аммиак.

Нейтрализация спирта-сырца при ректификации на периодически действующих аппаратах практикуется давно, вследствие чего срок службы их значительно увеличился. Первая царга концентрационной части эпорационной колонны и вся выварная часть ректификационной колонны должны обязательно подвергаться нейтрализации; эта мера обеспечивает долговечность непрерывно действующих ректификационных аппаратов.

VII. УХОД ЗА АППАРАТАМИ И ТЕКУЩИЙ РЕМОНТ

Уход за аппаратами во время работы является одним из элементов их обслуживания. При остановке аппарата надо тотчас же проверить исправность действия автоматических клапанов, стоящих обычно в выварных камерах колонн и на нижнем резервуаре паровых регуляторов, чтобы в момент образования в колоннах вакуума через клапаны поступал воздух.

По окончании производства, за время летнего простоя завода аппарат необходимо отремонтировать и привести в состояние, обеспечивающее бесперебойную работу.

Независимо от состояния аппарата после остановки его обязательно провести следующие мероприятия.

1. Отремонтировать бражный насос и заготовить к нему 1—2 запасных бражных поршня, так как они быстро изнашиваются, что не дает возможности держать сальники в исправном состоянии.

2. Очистить бражную колонну и все ее внутренние части (тарелки, колпаки, сливные трубы) от нагара. Для ускорения и облегчения этой работы полезно после промывки закрыть все регарды и хорошо прогреть всю колонну паром, затем быстро открыть регарды. Нагар высохнет, и через 1—2 суток большая часть его отпадет, остальная же легко счищается.

3. Промыть водонапорный бак, дефлегматоры, конденсаторы, холодильники и маслоотделитель. Тщательно удалить из них всю грязь и накиль.

4. Переставить все ненадежные и дававшие течь свертки. Привести в порядок и притереть всю арматуру (краны, вентили и пр.).

5. Проверить исправность всех поплавков. Очистить от грязи и нагара поплавки и коробки (резервуары) всех регуляторов. Проверить их клапаны, штоки и трущиеся части и в случае надобности отремонтировать или заменить новыми.

6. Удалить внутренний нагар из трубчатых частей дефлегматоров и конденсаторов.

Эту работу удовлетворительно можно выполнить лишь после того, как нагар высохнет, а это бывает к концу ремонтного периода. Чистку производят ударами деревянных молотков по стенкам кожухов в местах припайки к ним внутренних перегородок; от таких ударов нагар осыпается. Для удаления его из внутренних камер необходимо сделать в каждой из них (ближе к перегородкам) небольшую регарду (диаметром 75—100 мм), через которую нагар свободно высыпается наружу. Через эти же регарды затем промывают камеры сильной струей воды. Если нет регарды, то можно просто вырезать отверстия и после промывки запаять их на третнике. Для очистки от нагара дефлегматор и конденсатор снимают со своих мест.

7. Испытать на отсутствие течи все змеевики, холодильники, дефлегматоры и конденсаторы гидравлическим давлением.

8. Тщательно осмотреть внутренние части колонн, вызывающие сомнение в их исправности, и все ненадежные и износившиеся части отремонтировать или заменить новыми.

VIII. ПРЕИМУЩЕСТВА НЕПРЕРЫВНО ДЕЙСТВУЮЩИХ АППАРАТОВ ПЕРЕД ПЕРИОДИЧЕСКИ ДЕЙСТВУЮЩИМИ

Непрерывная ректификация обладает многими преимуществами. Они могут быть сведены к следующим:

- 1) однородность и высокое качество получаемого продукта;
- 2) экономия тепла;
- 3) экономия труда;

Однородность и высокое качество ректификата, получаемого на непрерывно действующем аппарате, объясняется тем, что в каждой точке его условия работы постоянны. Поэтому при проектировании непрерывно действующего аппарата возможно уделить гораздо больше внимания примесям, чем при проектировании периодически действующего ректификационного аппарата, качество и количество ректификата в котором изменяются с каждой последующей навалкой.

Экономия тепла получается в связи с использованием тепла люттерной воды, непрерывно уходящей из аппарата для нагрева жидкости до температуры кипения, а также вследствие сильной концентрации примесей при непрерывности процесса.

Кроме того количество промежуточных сортов, которые должны быть подвергнуты повторной ректификации при аппаратах периодического действия для получения из них ректификата I сорта, сильно сокращено, что также экономит тепло.

Так как промежуточные сорта (III и II начальные сорта и II и III концевые сорта) не отбирают, то увеличивается производительность аппарата и получается экономия труда.

Работа на хорошо отрегулированном непрерывно действующем аппарате не требует большого напряжения, и один аппаратчик обычно обслуживает несколько аппаратов. Преимущества непрерывно действующих аппаратов особенно сильно сказываются при изготовлении ректификатов высокого качества и большой крепости. Производительность периодически действующего ректификационного аппарата в этом случае сильно уменьшается, так как предварительно приходится отбирать большое количество спирта III и II сортов, особенно начальных. Ректификата же I сорта получается только 75%. На непрерывно же действующем аппарате отбирают сразу 96% поступившего на ректификацию спирта-сырца. Чтобы получить такой выход готового ректификата на периодически действующем аппарате, надо пропустить до 150% спирта, так как промежуточные сорта бывает необходимо ректифицировать по нескольку раз.

Преимущества эти сильно снижаются, если ограничиваются получением спирта среднего качества, а часть промежуточных сортов (III начальный сорт) превращают в денатурат и следующим ректификациям не подвергают. Иногда и самый метод работы на периодически действующем аппарате так изменяют, что он приближается к непрерывной работе.

Однако концентрация головных примесей при работе на аппарате периодического действия требует больше тепла, чем в непрерывно действующем аппарате.

Наряду с указанными преимуществами, непрерывно действующие аппараты имеют серьезные недостатки. Главные из них:

- 1) большие первоначальные затраты;
- 2) чувствительность к внешним воздействиям;
- 3) сложность конструкции и налаживания работы.

Крупные первоначальные вложения при изготовлении непрерывно действующих ректификационных установок обусловлены главным образом сложностью и дороговизной арматуры. Непрерывно действующие аппараты почти вдвое дороже периодически действующих вследствие наличия большего числа колонн, состоящих из колпачных тарелок, более дорогих, чем ситовые, и из-за увеличенной поверхности охлаждения (много дефлегматоров, конденсаторов и паровых регуляторов).

Непрерывно действующий аппарат чрезвычайно чувствителен к качеству и количеству перерабатываемого спирта-сырца и требует равномерного снабжения паром и водой.

Вследствие сложности конструкции обслуживание его может быть поручено только высококвалифицированному аппаратчику.

В общем же при всех прочих равных условиях непрерывно действующему ректификационному аппарату должно быть отдано предпочтение, особенно если необходим аппарат большой производительности.

Брагоректификационные непрерывно действующие аппараты обладают значительно большими преимуществами, чем непрерывно действующие ректификационные аппараты, так как они фактически производят две операции: перегонку бражки для получения спирта-сырца и его ректификацию.

Установкой брагоректификационных непрерывно действующих аппаратов, помимо значительной экономии тепла (а с ним и воды), сокращаются расходы на устройство здания ректификационного цеха и еще в большей степени — расходы на рабочую силу, так как отпадает надобность в аппаратчике брагоперегонного аппарата. Наконец, сокращаются потери спирта при перегонке бражки и при ректификации спирта-сырца.

Преимущества брагоректификационных аппаратов особенно сильно сказываются на спиртовых заводах большой производительности. Из хорошей, доброкачественной бражки на брагоректификационном аппарате можно получить за одну операцию до 98,5% ректификата высокого качества.

ГЛАВА VII

РАСХОД ПАРА И ВОДЫ НА РЕКТИФИКАЦИЮ В АППАРАТАХ РАЗНЫХ СИСТЕМ

1. РАСХОД ПАРА

В ректификационном аппарате любой системы основной расход пара падает на усиление крепости ректификуемого спирта до стандартной.

Таким образом ректификационная колонна (ее концентрационная часть) является основным потребителем пара; от ее устройства главным образом и зависит расход пара.

На расход пара при ректификации спирта влияют:

- 1) качество ректификата, главным образом его крепость;
- 2) качество спирта-сырца;
- 3) метод работы на аппарате и
- 4) количество ректификата, которое желают получить в окончательном виде из спирта-сырца.

Особенно сильно влияет на расход пара в аппаратах любой системы как периодического, так и непрерывного действия крепость получаемого ректификата.

Расход пара при ректификации спирта определяют очень редко, и получение точных данных дело трудное; оно требует специальной установки измерительной аппаратуры, а иногда и выделения специального парового котла и штата наблюдателей-испытателей.

1. Периодически действующие аппараты

Расход пара в периодически действующих аппаратах зависит от качества и крепости спирта-сырца и от системы аппарата. Качество спирта-сырца особенно сильно влияет на расход пара при ректификации на периодически действующих аппаратах. Спирт-сырец с дрожже-винокуренных заводов, на которых применяется сильное продувание воздуха дрожжевых бражек, требует наибольшего расхода пара; наименьшее количество пара расходуется на ректификацию картофельного спирта. Чем крепче спирт-сырец, тем меньше расход пара и тем меньше получается возвратных и безвозвратных потерь¹.

¹ Возвратными потерями называют отбросы головные и хвостовые; безвозвратными потерями — недостаток спирта по балансу между тем количеством, которое было загружено в куб аппарата, и тем количеством всех сортов спирта, которое получено с аппарата.

На количество безвозвратных потерь влияет не только качество спирта-сырца, но и система аппарата: чем больше тарелок в ректификационной колонне и чем выше коэффициент их действия, тем меньше потерь.

Опыты показали, что расход пара во время получения ректификата I сорта крепостью 96,5—96,7° составляет приблизительно 40 кг на 1 *дкл* чистого спирта на ректификационных аппаратах с 30 тарелками; от 30 до 31,5 кг — на аппаратах с 40 тарелками и от 21,5 до 24 кг — на ректификационных аппаратах с 49 тарелками (наиболее усовершенствованных).

Столь высокий расход пара для получения ректификата I сорта объясняется увеличенным возвратом погона в колонну.

В разных аппаратах и даже в одном аппарате при отборе спирта разной крепости получается разное погонное число; так, при расходе 31,5 кг пара на 1 *дкл* спирта погонное число равно 7,29; при расходе 21,5 кг пара оно равно 4,61; а при расходе 40,0 кг пара — 9,49.

Уменьшение крепости ректификата влечет за собой понижение погонного числа.

Согласно исследованию Барбе, при крепости спирта 95° в ректификационном аппарате старого типа с конденсатором, снабженным змеевиком (очевидно, ректификационная колонна имела только 30 тарелок), расход пара составлял 14,1 кг на 1 *дкл* спирта, а погонное число было равно только 2,2.

Научно-исследовательским сектором по спирту при киевском химико-технологическом институте пищевой промышленности имени Микояна проведено исследование метода ректификации с вводом спирта через 10-ю тарелку при трехсложной навалке. Это исследование показало, что расход пара равен 12,1 кг на 1 *дкл* спирта при крепости ректификата 95,7°.

На основании приведенных данных института вычислим погонное число для ректификационной колонны. Средняя температура отходящего из змеевиков конденсата равна 87°. От 1 кг пара в колонну поступает 569 *Кал* тепла, а всего на 1 *дкл* $12,1 \cdot 569 = 6844,9$ *Кал*. Потери тепла лучеиспусканием аппарата составляют 200,4 *Кал*. Следовательно, из колонны в дефлегматор поступает $6844,9 - 200,4 = 6644,5$ *Кал* тепла. Поступающее в дефлегматор тепло используется тройко: одна часть его поглощается дефлегматором, другая сохраняется паром, идущим в холодильник, и третья часть уносится с погону в ректификационную колонну. Мы знаем, что спирт и погон имеют крепость 95,7°; теплоемкость спирта такой крепости равна 0,87 (согласно формуле $C = 0,630 + 0,00325 t$ при t , равной от 0 до 78,5°); скрытая теплота спирта этой крепости 230,4°; вес 1 л спирта крепостью 95,7° равен 0,8135 кг; 1 *дкл* спирта крепостью 100° соответствует $10 \frac{100}{95,7} = 10,45$ л спирта весом

$10,45 \cdot 0,8135 = 8,5$ кг.

Количество тепла, унесенного из дефлегматора спиртовым паром, поступившим в холодильник, следующее:

$$8,5 \cdot 230,4 = 1958,6 \text{ Кал.}$$

Дефлегматор и погон поглощают, очевидно, разницу между количеством тепла, поступившего в дефлегматор, и количеством, унесенным из него несконденсировавшимся паром, поступившим в холодильник, т. е.

$$6644,5 - 1958,6 = 4685,9 \text{ Кал.}$$

Каждый килограмм погона, получающийся от конденсации пара в $95,7^\circ$, отдает дефлегматору 230,4 Кал скрытой теплоты. Так как температура погона при выходе из дефлегматора падает на $9-10^\circ$, то прежде чем обратить погон в пар, нужно повысить его температуру на эти 9° , т. е. сообщить каждому килограмму погона

$$230,4 + (0,870 \cdot 9) = 238,2 \text{ Кал.}$$

Теперь можно легко определить вес погона, возвращенного в колонну, на 1 дкл полученного с аппарата ректификата; он будет равен:

$$\frac{4685,9}{238,2} = 19,7 \text{ кг,}$$

а, следовательно, погонное число равно:

$$\frac{19,7}{8,5} = 2,32,$$

Такой низкий расход пара на 1 дкл ректификата (12,1 кг) получается вследствие наличия большого числа ректификационных тарелок (44 шт). То обстоятельство, что при погонном числе, равном 2,2, Барбе получал ректификованный спирт крепостью только 95° , а при данном исследовании получался ректификат крепостью $95,7^\circ$, объясняется исключительно применением разного количества тарелок.

Приведенный пример подтверждает то положение, что не только крепость готового ректификата, но и устройство колонны аппарата, система ее тарелок и их число влияют на расход пара при ректификации.

От метода ведения работы на аппарате зависит выход ректификованного спирта I сорта с одной навалки, колеблющийся от 70 до 92 и даже 93%. Соответственно выходу изменяется и расход пара, хотя и не в прямой пропорциональности.

Наконец, на расход пара при периодической ректификации оказывает влияние и количество ректификата, которое желают получить из взятого на ректификацию спирта-сырца. Чем выше процент выхода ректификата, тем больше расход пара на ректификацию.

В табл. 6 (Древновского) показано, сколько надо перегнать спиртовой жидкости, чтобы из 100 дкл спирта-сырца получить 97 дкл ректификата. При этом учтена повторная ректификация III и II сортов (начальных и концевых) при отборе с навалки ректификата I сорта.

Таблица 6

Зависимость между количеством перегоняемой жидкости и процентом отбора при получении 97 дкл ректификата I сорта из 100 дкл спирта-сырца

Отбор ректификата I сорта (в %)	Количество перегоняемой спиртовой жидкости (в дкл)	Отбор ректификата I сорта (в %)	Количество перегоняемой спиртовой жидкости (в дкл)	Отбор ректификата I сорта (в %)	Количество перегоняемой спиртовой жидкости (в дкл)
60	200	78	144	88	124
65	180	79	142	89	122
70	168	80	140	90	120
71	164,4	81	138	91	117
72	160,8	82	136	92	114
73	157,2	83	134	93	111
74	153,6	84	132	94	108
75	150	85	130	95	105,5
76	148	86	128	96	102,5
77	146	87	126	97	100

Из табл. 6 видно, что на расход пара влияет как качество ректификуемого спирта-сырца, так и метод его ректификации.

Чем лучше качество спирта-сырца, тем больше выход ректификата с одной навалки и тем меньше придется ректифицировать промежуточных сортов (III и II).

Кроме того чем лучше способ ректификации спирта, тем больше ректификата он дает с одной сгонки и тем меньше получается промежуточных сортов спирта, требующих вторичной ректификации.

Поэтому расход пара значительно сокращается, если не все промежуточные сорта спирта подвергаются в дальнейшем ректификации. В настоящее время III начальные сорта не подвергаются дальнейшей ректификации: из них готовится денатурат. Влияние различных методов ректификации на расход пара иллюстрирует табл. 7 результатов ректификации спирта, составленная сотрудниками научно-исследовательского сектора по спирту киевского химико-технологического института пищевой промышленности им. Микояна.

Таблица 7

Расход пара на периодически действующем ректификационном аппарате

№ опыта	Метод ректификации	Расход пара (в кг на 1 дкл ректификата) с учетом повторной ректификации сортов
3	Простая крепкая навалка	19,15
4	Двойная сложная	17,92
5	Тройная сложная	17,37
6	Ввод навалки через верхнюю тарелку . .	16,19
7	Ввод сортов в колонну во время работы .	15,93
8	Ввод навалки через 10-ю тарелку сверху колонны и сортов через колонну во время работы	15,48

Расход пара при получении промежуточных сортов ректификата значительно выше, чем при получении только ректификата I сорта, что видно из табл. 8 расхода пара на 1 дкл промежуточных продуктов при ректификации спирта-сырца с добавлением промежуточных сортов от предыдущей сгонки. Эта таблица составлена на основании данных о расходе пара, полученных в 1933 г. научно-исследовательским сектором по спирту киевского института пищевой промышленности им. Микояна.

Данные таблицы особенно интересны тем, что они показывают расход пара при каждом сорте ректификата и при разных способах работы. Часовое потребление пара при каждом сорте ректификата мало колеблется. Так например, потребление пара аппаратом во время отбора I сорта во всех опытах в среднем составляло 675 кг/час (максимум 695 и минимум 670).

Из табл. 8 видно, что наибольший расход пара на 1 дкл промежуточных сортов спирта имеет место при получении сивушного масла и во время отбора эфиров, а наименьший — во время отбора I сорта, т. е. готовой продукции.

Наибольший расход пара во время отбора промежуточных сортов спирта влечет за собой повышение расхода пара на единицу готовой продукции.

Процент отбора ректификата I сорта во время опытов был очень высоким — от навалки отбирали от 91,76 до 92,29%. При меньших выходах I сорта расход пара на отбор промежуточных сортов спирта значительно повышается.

Расход пара на периодически действующих ректификационных аппаратах (в кг)

Операция	Простая крепкая навалка	Двойная сложная навалка	Тройная сложная навалка	Ввод навалки через верхнюю тарелку колонны	Ввод в колонну низших сортов ректификата во время работы	Ввод навалки через 10-ю тарелку сверху колонны и низших сортов ректификата в колонну
Первая навалка						
Нагрев	0,92	0,93	1,06	1,75	1,09	1,34
Задержка спирта в колонне . . .	1220	1248,0	1296,0	576,0	1315	468,0
	0,4	0,6	0,43		0,32	
	534	756	528	24,7	522,0	20,9
Отбор:				320,0		887,0
эфиров	101,0	71,6	76,1		21,4	
III начального сорта . . .	756,0	451,0	497		897,0	
	41,8	39,9	37,4	8,5	36,5	12,4
II начального сорта . . .	695,0	656,0	623,0	556,0	613,0	930,0
	23,7	23,3	22,8	28,6	24,6	25,4
	644,0	625	630,0	764,0	642,0	685
I сорта	12,4	11,9	11,4	11,8	11,7	11,8
II-III концевых сортов . .	695,0	690	670,0	672,0	678	673
	16,9					
«Сивушного масла»	810,0	—	—	—	—	—
	119,5	—	—	—	—	—
	910,0					
Вторая навалка						
Нагрев	—	0,9	0,933	1,2	1,1	1,11
Задержка спирта в колонне . . .	—	928,0	1000	438,0	1020,0	422,0
	—	0,6	0,5		0,4	
		774,0	620,0	23,5	552,0	29,4
Отбор:				365,0		606,0
эфиров	—	68,6	115,8		22,4	
III начального сорта . . .	—	625,0	697,0		492,0	
	—	46,6	40,6	15,2	44,3	10,9
II начального сорта . . .	—	717,0	644,0	595,0	762,0	765,0
	—	27,6	28,1	31,4	31,0	26,9
	—	635,0	625,0	752,0	657,0	850
I сорта	—	12,4	12,0	11,0	11,6	11,9
II-III концевых сортов . .	—	677,0	685,0	625,0	672,0	690
	—	14,7				
	—	768,0	—	—	—	—
«Сивушного масла»	—	38,4	—	—	—	—
	—	900,0	—	—	—	—

Операция	Простая крепкая навалка	Двойная сложная навалка	Тройная сложная навалка	Ввод навалки через верхнюю тарелку колонны	Ввод в колонну низших сортов ректификата во время работы	Ввод навалки через 10-ю тарелку сверху колонны и низших сортов ректификата в колонну
Третья навалка						
Нагрев	—	—	0,6	1,3	1,02	1,23
Задержка спирта в колонне . . .	—	—	768,0	516,0	882,0	464,0
			0,31		0,234	
Отбор:			514,0	19,6	360,0	22,9
Эфиров	—	—	71,4	204,0	20,8	296,0
III начального сорта	—	—	640,0		936,0	
	—	—	39,7	7,7	36,7	14,9
II начального сорта	—	—	658,0	338,0	651,0	708,0
	—	—	27,3	24,6	27,2	31,6
I сорта	—	—	681,0	547,0	664,0	597,0
	—	—	11,4	11,8	12,4	12,5
II концевого сорта	—	—	646,0	674,0	675,0	680,0
	—	—	13,4	11,88	17,5	
III концевого сорта	—	—	573,3	609,0	780,0	30,8
	—	—	33,9	22,1	25,2	1140,0
Сивушного масла	—	—	1192,0	712,0	694,0	
			113,6	50,8	43,5	58,7
			985,0	792,0	745,0	823,0

Примечание. В числителе дан расход пара на 1 дкл продукта, полученного во время отбора этого сорта при ректификации, в знаменателе — количество пара, поступившего в течение часа в ректификационный аппарат. Количество это вычислено автором на основании данных, приведенных в статье инж. Цорниова¹.

Указать заранее твердые нормы расхода пара на периодически действующих ректификационных аппаратах Савалля нельзя, но на основании приведенных таблиц можно наметить ориентировочный расход пара при разной крепости получаемого ректификата и разном качестве спирта-сырца. Этот ориентировочный расход будет близок к фактическому расходу, который полезно определять время от времени, хотя это определение и связано с затратами средств.

¹ Инж. Н. Кузнецов, Е. Н. Алексеев, инж. А. Г. Забродский, инж. В. Л. Цорниов, Исследование работы брагоперегонных и ректификационных аппаратов, изд. Киевского химико-технологического института пищевой промышленности им. Микояна, Научно-исследовательский сектор по спирту.

2. Непрерывно действующие аппараты

Аппарат Барбе. При непрерывной ректификации на аппарате любой системы качество спирта-сырца не оказывает столь значительного влияния на расход пара, как при периодической ректификации.

При непрерывной ректификации спирта-сырца на выделение головных примесей расходуется относительно небольшое количество пара — обычно около 2,0—2,5 кг на 1 дкл, а при брагоректификации — даже до 0,6 кг.

На расход пара в эпорационной колонне влияет количество непастеризованного спирта, возвращаемого в нее на вторичную переработку.

В ректификационной колонне непрерывно действующего аппарата осуществляется не только ректификация, но и отбор непастеризованного спирта, улучшающий качество ректификата I сорта. Кроме того в нижней части ее выделяется спирт из поступившего эпората и производится отбор хвостовых примесей. Все эти операции в колонне непрерывной ректификации являются причиной более повышенного расхода пара, чем в ректификационной колонне периодически действующего аппарата во время отбора I сорта ректификата.

Расход пара сильно зависит от качества получаемого ректификата, в особенности от его крепости. Сказанное иллюстрирует табл. 9, составленная на основании испытаний непрерывно действующего ректификационного аппарата Барбе — Бормана, работающего на Московском ликерно-водочном заводе¹.

Таблица 9

Расход пара в зависимости от крепости и производительности аппарата

Крепость по Траллесу (в градусах)	Получено ректификата (в дкл/час)	Уд. расход нор- мального пара (в кг) на 1 дкл спирта	Выход ректифи- ката (в % от навалки)
96,5	98,4	37,1	96,62
96,5	123	32,1	96,51
96,4	123	27,6	96,4
96,3	132,8	26,1	96,39
96,1	159,9	23,8	96,45
96,0	156,2	23,6	97,3
96,0	172,1	20,4	97,06
95,9	184,5	21,8	96,4
95,8	184,5	20,1	97,24
95,4	221,4	18,5	96,82
95,3	221,4	18,0	96,71
95,3	258,3	17,3	96,2
95,0	258,3	17,9	96,18

¹ Испытания проводились в разное время различными организациями (Теплотехническим институтом, Техническим отделом завода и Научно-исследовательским институтом спиртовой промышленности).

Из табл. 9 видно, что наибольшее влияние на расход пара оказывает крепость ректификата; в особенности это заметно при получении ректификата низкой крепости. Так, при крепости 96,5° и производительности 98,4 *дкл/час* расход пара равен 37,1 кг. При получении ректификата крепостью 95,3° и производительности аппарата 258,3 *дкл/час* расход пара составил 17,3 кг. т. е. уменьшился более, чем в два раза.

При дальнейшем понижении крепости до 95,0° и производительности аппарата 258,3 *дкл/час* расход пара, вместо того чтобы снизиться, повысился с 17,3 до 17,9 кг. Такое повышение расхода пара при меньшей крепости является результатом неправильной работы ректификационной колонны. Из нее отбирали много неастеризованного спирта, который затем возвращали в эспирационную колонну. Таким образом фактически из ректификационной колонны выводилось не 258,3 *дкл* ректификата, а значительно больше. Обычно неастеризованного спирта отбирают всего около 2%, что составляет 5,2 *дкл*, как это имело место при крепости 95,3°. В этом случае общий отбор крепкого спирта равен 263,5 *дкл*. Во время же последнего опыта при крепости ректификата 95,0° для улучшения качества ректификата прибегали к увеличению количества отбираемого неастеризованного спирта до 10—15%, т. е. из верхней части ректификационной колонны отводили от 283,1 до 297 *дкл* спирта I сорта. Вследствие этого крепость спирта уменьшалась, а так как количество готового ректификата осталось одно и то же, то расход пара оказался увеличенным. Это обстоятельство подтверждает, что способ работы на ректификационной колонне сильно влияет на расход пара.

Следует принять, что расход пара на 1 *дкл* спирта на непрерывно действующем аппарате типа Барбе, состоящем только из двух колонн (эспирационной и ректификационной), при крепости готового ректификата 95,5° в среднем равен 17,5—18 кг, а при крепости 96,0—96,2 — от 22,0 до 25 кг.

Аппарат Гильома. Исследований для определения расхода пара на ректификационном аппарате Гильома, аналогичных проведенным для аппарата Барбе, не проведено. Можно считать, что расход пара на аппарате Гильома больше, поскольку в нем больше колонн, и спирт-сырец сильно разбавляется водой для того, чтобы поступающий в ректификационную колонну эспират имел крепость в пределах 15—25°, тогда как при работе на аппарате Барбе крепость эспирата равна 45—65°. Таким образом в аппарате Гильома объем эспирата в два-три раза больший, чем в аппарате Барбе. Отсюда и расход пара на эспирацию спирта получается примерно в два раза больший, на получение эспирата он составляет от 4 до 5 кг на 1 *дкл* спирта.

Колонны окончательной очистки и дополнительная требуют дополнительного расхода пара в размере примерно 3,0—6,0 кг на 1 *дкл* спирта. Расход пара на ректификационной колонне Гильома,

как и в аппарате Барбе, зависит от крепости получаемого ректификата и способа ведения работы, но вследствие низкой крепости эпората, поступающего в ректификационную колонну, он несколько выше, чем у Барбе. Данные о расходе пара на аппарате Гильома в зависимости от крепости получаемого ректификата приведены в табл. 10.

Таблица 10

Расход пара при непрерывной ректификации

Колонна	Расход пара (в кг) на 1 дкл абсолютного спирта ректификата крепостью	
	95,5°	96,0—96,2°
Эпюрационная	4,0—5,0	4,0—5,0
Ректификационная	16,0—20,0	24,0—28,0
Окончательной очистки	3,0—5,0	2,0—3,0
Дополнительная	4,0—6,0	4,0—7,0
Всего	30—36,0	34,0—43,0

3. Брагоректификационные аппараты.

На расход пара в брагоректификационных аппаратах огромное влияние оказывает содержание спирта в перегоняемой бражке. Чем выше содержание спирта в перегоняемой бражке, тем меньше требуется пара на получение 1 дкл спирта. Расход пара на брагоректификационном аппарате складывается из расхода пара на перегонку бражки и на непрерывную ректификацию спирта.

Наиболее экономичными в отношении расхода пара являются брагоректификационные аппараты типа Барбе прямого действия. В них пар, расходуемый на перегонку бражки, почти целиком (за исключением незначительной части пара — 2 кг на 1 дкл спирта, идущего в эпюрационную колонну) поступает в ректификационную колонну, и лишь незначительное количество его добавляется для выварной части.

Брагоректификационные аппараты полупрямого действия расходуют значительно больше пара, так как отогнанный из бражки спиртовой пар теряет свое тепло в дефлегматоре и конденсаторе эпюрационной колонны. Ректификационная колонна в этих аппаратах питается жидким эпюратом, на ректификацию которого затрачивается такое же количество пара, как и при непрерывной ректификации спирта-сырца.

Для эпюрации спирта (погона из дефлегматора и конденсатора эпюрационной колонны) требуется минимальное количество пара (0,5 кг на 1 дкл спирта вместо 2—4 кг при ректификации спирта-сырца). Перегонка бражки требует меньше пара, чем отгонка спир-

Практически из 640 *Кал* тепла, содержащихся в 1 кг нормального пара, 100—105 *Кал* в среднем уходит из аппарата с конденсатором, и 480 *Кал* поглощает вода.

Расход воды легко подсчитать для ректификационного аппарата любой системы. Температура отходящей из дефлегматоров непрерывно действующих аппаратов воды равна 70—75°. Вода последовательно проходит путь от холодильника через конденсатор в дефлегматор, откуда и выходит.

В периодически действующих ректификационных аппаратах вода в дефлегматор и холодильник поступает раздельно. В процессе работы вода в дефлегматор аппарата Савалля поступает неравномерно; во время задержки спирта в колонне в дефлегматор поступает много воды, и выходит она из дефлегматора температурой 25—35°. Во время же работы аппарата с максимальной производительностью в середине отбора I сорта расход воды на дефлегматор весьма незначителен, а отходящая из него вода имеет температуру 70—75°. Поступление воды в холодильник в этот период должно быть максимальным, чтобы отбираемая с аппарата продукция хорошо охладилась. Температура воды, выходящей из холодильника периодически действующего аппарата, равна 35—40°.

Расход воды на брагоректификационных аппаратах, несмотря на большой расход пара при получении 1 *дкл* ректификата I сорта, почти одинаков с расходом воды при непрерывной ректификации спирта-сырца. Спиртовые пары в этом случае охлаждаются не только водой, но и перегоняемой бражкой, отнимающей часть тепла от спиртовых паров, которые поступают в дефлегматоры, где помещен нагреватель бражки.

Ориентировочно можно считать, что на 1 *дкл* спирта при получении ректификата I сорта расходуется следующее количество воды температурой 15° (в *дкл*):

- 1) при периодически действующих аппаратах:
в дефлегматоре от 8 до 11
в холодильнике от 6 до 8
- 2) при непрерывно действующих ректификационных аппаратах:
типа Барбе прямого действия . . . от 15 до 21
типа Гильома от 21 до 32

При испытании брагоректификационной установки Баджера расход воды составил 19,5 *дкл*, а при втором испытании 28,8 *дкл*; температура воды соответственно была равна 0 и 0,5°¹.

На расход воды, помимо количества расходуемого в аппарате пара, влияет также состояние охлаждающих поверхностей (толщина накипи, слизь, грязь, водоросли и т. д.).

¹ Такая большая разница в расходе воды объясняется разным поглощением тепла бражкой в подогревателях-дефлегматорах эшпорационной колонны. Во втором случае при меньшей подаче бражки в аппарат спиртовой пар больше конденсировался в дефлегматоре, охлаждаемом водой.

ГЛАВА VIII

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОИЗВОДИТЕЛЬНОСТИ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

1. Периодически действующие аппараты

Для определения производительности периодически действующего ректификационного аппарата пользуются формулой, предложенной инж. А. Л. Малченко.

Формула эта, при помощи которой можно определить суточную производительность периодически действующих аппаратов, ректифицирующих хлебно-картофельный спирт-сырец, имеет следующий вид:

$$M_a = (KF_k \pm 1,5n) K_1 K_2 \quad (9)$$

Формула состоит из трех членов. Первый член ее — часть формулы, заключенная в скобки — характеризует работу ректификационной колонны; второй член K_1 — поправочный коэффициент часовой производительности колонны, получающийся в зависимости от размеров охлаждающей поверхности дефлегматора, а третий член K_2 представляет собой число часов, затраченных на получение ректифицированного спирта в течение суток; это число зависит от емкости куба.

Первый член формулы $KF_k \pm 1,5n$, выражающий производительность ректификационной колонны, является основой формулы.

В основу расчета производительности ректификационной колонны положена площадь ее сечения F_k и средняя часовая производительность 1 м² площади тарелки колонны в декалитрах — K .

При постройке колонны с ситовыми тарелками скорость спиртовых паров на всю площадь тарелки принимают равной от 0,3 до 0,6 м/сек. Количество циркулирующих в колонне в течение 1 часа спиртовых паров зависит от крепости получаемого ректифицированного спирта, которому соответствует ее погонное число.

В основу вычисления производительности ректификационной колонны положены данные, полученные Киевским научно-исследовательским сектором по спирту во время опытов на одном из спиртовых заводов. Здесь получали в час с 1 м² сечения колонны 118 дкл ректифицированного спирта при крепости 95,5° и погонном числе 2.

Пользуясь этими данными, можно установить скорость спиртовых паров в колонне. Для этого переводят декалитры спирта в килограммы, имея в виду, что 1 *дкл* ректификованного спирта крепости 95,5° весит 8,07 *кг*. Следовательно, в час получается:

$$8,07 \cdot 118 = 952,26 \text{ кг спирта.}$$

Количество поступающего из колонны в дефлегматор спиртового пара в три раза больше количества готовой продукции при погонном числе 2. В этом случае в колонну возвращается из дефлегматора погона в два раза больше, чем получается готовой продукции.

Поэтому часовое количество спиртового пара, поднимающегося из колонны в течение часа, равно:

$$952,26 \cdot 3 = 2857 \text{ кг,}$$

или в 1 сек.

$$\frac{2857}{3600} = 0,793 \text{ кг.}$$

1 *кг* спиртового пара, при выходе из колонны при крепости 95,5° и давлении в верхней части колонны 0,5—0,7 *м вод. ст.* занимает объем 0,607 *м³*.

Следовательно, в данном случае объем спиртового пара, выделяющегося за 1 сек., равен $0,607 \cdot 0,793 = 0,481 \text{ м³}$, а так как площадь сечения колонны равна 1 *м²*, то, разделив объем паров на площадь сечения колонны, получим скорость спиртовых паров в секунду:

$$\frac{0,481}{1} = 0,481 \text{ м.}$$

Полученная скорость спиртового пара при производительности 118 *дкл/час* с 1 *м²* не превышает скоростей, применяемых в промышленности.

Действительную скорость спиртовых паров при движении через отверстия тарелок колонны, площадь которых составляет только определенный процент от общего сечения колонны, определяют следующим образом.

В ситовой тарелке, у которой живое сечение равно от 3 до 8% от ее поперечного сечения, действительная скорость будет следующей (в *м/сек*):

Живое сечение (в %)	Действительная скорость
3	$\frac{0,481}{0,03} = 16$
4	$\frac{0,481}{0,04} = 12$
5	$\frac{0,481}{0,05} = 9,62$
8	$\frac{0,481}{0,08} = 6,01$

Для определения действительной скорости спиртовых паров крайне важно точно знать площадь всех отверстий ситовой тарелки. Действительную скорость спиртовых паров обычно принимают равной 9—10 м/сек. Она ни в коем случае не должна быть выше 12 м/сек. Спиртовые пары при чересчур быстром движении через жидкость на тарелках увлекают с собой частицы жидкости и тем самым ухудшают ректификацию спирта. Следует иметь в виду, что спиртовый пар равномернее распределяется в колоннах меньшего диаметра, поэтому у колонн большего диаметра производительность на 1 м² ее площади меньше, чем у колонн малого диаметра.

На производительность аппарата влияет система тарелок.

Колпачные, щелевые и тоннельные тарелки работают обычно при меньших скоростях пара в колонне, так как при тарелках такого устройства особенно усиливается перенос паром ректифицируемой жидкости на вышележащие тарелки. При тарелках указанных конструкций среднюю скорость движения спиртовых паров по поперечному сечению колонны принимают в 0,3 м/сек, а при исчислении по живому сечению колонны — в 5—6 м/сек.

Производительность 1 м² поперечного сечения колонны в дкл/час K установлена в зависимости от площади колонны F_k и системы тарелок (табл. 11).

Таблица 11

Значение K

Площадь поперечного сечения колонны F_k (в м ²)	Величина K (в дкл/час)	
	Ситовые тарелки	Колпачные, щелевые и тоннельные тарелки
До 0,35	90	80
„ 0,50	85	75
„ 0,70	80	70
„ 0,90	75	65
„ 1,25 и выше	70	60

Количество тарелок в колонне также влияет на ее производительность. В формуле предусмотрена нормальная колонна с 42 ситовыми тарелками. Увеличение числа тарелок свыше 42 повышает производительность колонны, а уменьшение соответственно понижает ее.

При числе тарелок больше 42 (но не больше, чем на 7 тарелок) необходимо увеличить производительность колонны из расчета по 1,5 дкл/час на каждую лишнюю тарелку независимо от площади поперечного сечения колонны. При числе тарелок меньше 42 (но не меньше, чем на 7 тарелок) производительность колонны надо уменьшить только из расчета 1,5 дкл/час на каждую недостающую тарелку. Таким образом получается первый член формулы производительности колонны:

$$KF_k \pm 1,5n,$$

где n — число добавочных или недостающих тарелок.

На производительность ректификационной колонны влияют размеры дефлегматора. Дефлегматор с недостаточной поверхностью охлаждения не в состоянии снабдить колонну необходимым количеством погона, вследствие чего понижается ее производительность. Увеличение поверхности охлаждения дефлегматора (по сравнению с колонной) увеличивает производительность аппарата, но не в прямой зависимости, а несколько меньше. Второй член формулы K_1 выражает отношение производительности дефлегматора к производительности колонны.

При вычислении коэффициента K_1 принимают за норму, что для получения с аппарата в 1 час 1 $\delta\text{кл}$ ректифицированного спирта поверхность охлаждения дефлегматора должна быть 0,6 м^2 .

Для нахождения значения K_1 по таблице его значений (табл. 12) пользуются вспомогательным выражением, определяющим количество кв. метров поверхности охлаждения дефлегматора, приходящееся на 1 $\delta\text{кл}$ спирта, получаемого в течение часа:

$$\frac{F_g}{KF_k \pm 1,5n} = \text{количество } \text{м}^2 \text{ на 1 } \delta\text{кл} \text{ производительности,}$$

где F_g — поверхность охлаждения дефлегматора в м^2 .

Полученному числу кв. метров соответствует определенный коэффициент K_1 ; он равен единице при поверхности охлаждения дефлегматора 0,6 м^2 на 1 $\delta\text{кл}/\text{час}$ производительности колонны.

Пример. Рассчитаем коэффициент K_1 для дефлегматора с поверхностью охлаждения 60, 45 и 75 м^2 при колонне производительностью 100 $\delta\text{кл}/\text{час}$. Для дефлегматора с поверхностью охлаждения в 60 м^2 на 1 $\delta\text{кл}/\text{час}$, согласно выражению, приходится:

$$\frac{F_g}{KF_k \pm 1,5n} = \frac{60}{100} = 0,6 \text{ м}^2,$$

Производительность же дефлегматора

$$D_n = \frac{60}{0,6} = 100 \text{ } \delta\text{кл}.$$

Итак,

$$K_1 = \frac{D_n}{KF_k \pm 1,5n} = \frac{100}{100} = 1,$$

где D_n — производительность дефлегматора в час, $KF_k \pm 1,5n$ — производительность колонны в час.

Точно так же находится коэффициент K_1 для дефлегматора с поверхностью охлаждения 45 м^2 :

$$\frac{F_g}{(KF_k \pm 1,5n)} = \frac{45}{100} = 0,45 \text{ м}^2;$$

$$D_n = \frac{45}{0,6} = 75;$$

$$K_1 = \frac{D_n}{KF_k \pm 1,5n} = \frac{75}{100} = 0,75.$$

Для дефлегматора с поверхностью охлаждения 75 м²:

$$\frac{F_g}{(KF_k \pm 1,5n)} = \frac{75}{100} = 0,75;$$

$$D_n = \frac{75}{0,6} = 125;$$

$$K_1 = \frac{D_n}{(KF_k \pm 1,5n)} = \frac{125}{100} = 1,25.$$

Однако последний пример показывает, что прирост производительности находится не в прямой пропорциональности к увеличению поверхности охлаждения. Принято, что при увеличении поверхности охлаждения каждые 0,05 м² (после 0,6 м² и до 0,8 м²) дают прирост коэффициента K_1 на 0,04.

При увеличении поверхности охлаждения свыше 0,8 м² каждая следующая 0,1 м² прироста увеличивает коэффициент K_1 на 0,02, но до 0,9 м², а далее прироста вовсе не наблюдается.

Таким образом получают следующие данные величины коэффициента K_1 :

Таблица 12

Коэффициент K_1

Количество м² поверхности охлаждения на 1 дкл	Величина K_1	Количество м² поверхности охлаждения на 1 дкл	Величина K_1
0,3 и ниже	0,5	0,6	1
0,4	0,66	0,65	1,04
0,45	0,75	0,7	1,08
0,5	0,833	0,75	1,12
0,55	0,92	0,8	1,16
		0,9 и выше	1,18

При слишком большой поверхности охлаждения дефлегматора (в два раза больше нормы) погон, поступающий на верхнюю тарелку колонны, не успевает стекать по сливным трубкам вниз и тормозит работу колонны. Если не уменьшить поступления погона, то колонна переполнится (как говорят ректификаторы, «задохнется»), и придется прекратить приток погона, чтобы колонна пришла в равновесие.

Производительность колонн, снабженных чрезмерно большими дефлегматорами, всегда меньше производительности колонн с дефлегматорами нормальных размеров.

Третий член формулы K_2 выражает число часов отбора I сорта ректификованного спирта в течение суток в зависимости от числа часов, потребных на перегонку навалки куба, и в зависимости от коэффициента полезного действия аппарата.

Большой объем куба повышает коэффициент полезного действия аппарата, т. е. процесс отбора ректификованного спирта I сорта протекает более продолжительное время, так как при таком объеме остальные операции ректификации — отбор начальных и конечных сортов — значительно сокращаются.

Число часов, необходимое на перегонку навалки куба, определяют из выражения:

$$\frac{V}{(KF_k \pm 1,5n) K_1}$$

где V — объем куба в $\delta\text{кл}$, а знаменатель — часовая производительность аппарата.

Числу часов, потребных на перегонку навалки куба, соответствует определенный коэффициент полезного действия аппарата, выражаемый числом меньше единицы. Умножая число часов суток на коэффициент полезного действия, получают коэффициент K_2 . Значения его приведены в табл. 13.

Таблица 13

Значения коэффициента K_2

Число часов, затраченное на перегонку навалки	К. п. д. аппарата	K_2	Число часов, затраченное на перегонку навалки	К. п. д. аппарата	K_2
20	0,625	15	85	0,71	17
25	0,65	15,6	40	0,75	18
30	0,68	16,3	—	—	—

При работе на паточном спирте-сырце, содержащем больше головных примесей, условно принимают, что производительность аппарата равна лишь 90% от производительности аппарата при ректификации хлебно-картофельного спирта, и в формулу вставляют множитель 0,9.

Следовательно, суточную мощность аппарата для ректификации паточных спиртов можно определить по формуле:

$$M_n = 0,9 (KF_k \pm 1,5n) K_1 K_2,$$

где M_n — суточная производительность аппарата при паточном спирте.

Следует иметь в виду, что по приведенным формулам определяется нормальная производительность аппарата, но при отличной работе обслуживающего персонала производительность аппарата может быть повышена на 25%, а при стахановских методах — и более чем на 25%.

2. Непрерывно действующие аппараты

Для определения производительности непрерывно действующих ректификационных и брагоректификационных аппаратов можно пользоваться формулой для периодически действующих аппаратов, работающих на хлебно-картофельном спирте, изменив ее соответственно конструкции аппарата.

Для непрерывно действующих аппаратов определяют производительность концентрационной части ректификационной колонны, так как в выварной части колонны крепость спирта не повышается. Площадь ее тарелок в формулу не включается.

Значение коэффициента	
F_k (в m^2)	K (в $дкл/час$)
До 0,35	110
0,5	105
0,7	100
0,9	95
1,25 и выше	90

В первом члене формулы коэффициент K необходимо повысить соответственно следующим данным ввиду того, что непрерывно действующие аппараты снабжены тарелками новейших систем, дающими высокий коэффициент полезного действия.

Второй член формулы коэффициент K_1 также должен быть изменен ввиду того, что при вычислении учитывается поверхность охлаждения дефлегматора ректификационной колонны. Поверхность охлаждения конденсатора, работающего последовательно за дефлегматором, не принимается в расчет при вычислении по формуле, так как она служит для отделения спирта от выпускаемых несгустившихся газов (воздуха, углекислоты и т. д.), а выделяющийся в конденсаторе спирт составляет незначительную часть от погона, поступающего в колонну. Готовая продукция непрерывно действующих аппаратов отбирается в жидком виде из верхней части ректификационной колонны, а не в виде спиртового пара, как это делается на периодически действующих аппаратах (табл. 14).

В дефлегматоре непрерывно действующего аппарата сгущаются все спиртовые пары, поступающие из ректификационной колонны. Поэтому коэффициент K определяют по специальным данным, при составлении которых исходили из того, что для получения с аппарата 1 $дкл$ ректифицированного спирта в час требуется поверхность охлаждения 0,8 m^2 .

Слишком большая поверхность охлаждения и при непрерывно действующих аппаратах не дает увеличения производительности аппарата и поэтому оказывается бесполезной.

Третий член формулы K_2 равен 24, т. е. числу часов суток, так как ректифицированный спирт I сорта получают непрерывно в течение всей работы аппарата.

Производительность брагоректификационных аппаратов зависит от размеров бражной и ректификационной колонн. Недостаточная

Таблица 14

Значение коэффициента K_1

Величина поверхности охлаждения на 1 дкл/час (в м ²)	K_1	Величина поверхности охлаждения на 1 дкл (в м ²)	K_1
0,3	0,4	—	—
0,4	0,5	0,75	0,938
0,45	0,562	0,8	1,0
0,5	0,625	0,85	1,04
0,55	0,688	0,9	1,08
0,6	0,75	0,95	1,12
0,65	0,813	1,0	1,16
0,7	0,875	1,1 и выше	1,18

производительность бражной колонны лимитирует работу ректификационной колонны. Поэтому при определении производительности брагоректификационного аппарата нужно обязательно проверять производительность обеих колонн: бражной и ректификационной. Производительность обеих колонн должна быть одинаковой. Если же производительность бражной колонны меньше производительности ректификационной, то в формулу вводят поправку, сводящуюся к тому, что производительность бражной колонны считают производительностью аппарата. Размеры остальных колонн — элюционной, а в аппаратах Гильома — окончательной очистки и дополнительной — в формулу производительности аппарата не включают, так как производительность каждой из них не лимитирует производительности всего аппарата.

ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

В ректификационный цех поступает из спиртового подвала значительное количество спирта-сырца. После обработки он возвращается в спиртовой подвал в виде готовой продукции (ректификата I сорта), отходов, альдегидов и эфиров, а также сивушного масла.

Для размещения всего спирта требуется много посуды, особенно при работе на аппарате периодического действия, когда часть низших сортов возвращается для вторичной ректификации. Предназначенный для ректификации спирт-сырец принимается в мерники в подвале и подается в сортировочный чан или непосредственно в навалочный (напорный), если он не подвергается предварительной химической очистке.

Низшие сорта ректификата, получаемые при ректификации, должны собираться отдельно по сортам. Таким образом необходимы чаны для: 1) альдегидов и эфиров, 2) III начального сорта, 3) II начального сорта, 4) I сорта, 5) концевых сортов и 6) сивушного масла.

Емкость каждого из перечисленных чанов-спиртоприемников зависит от емкости куба аппарата. В настоящее время при едином методе ректификации стремятся к тому, чтобы аппарат работал на одной навалке не больше суток. Нормально навалка равна 0,75—0,8 всей емкости куба.

Навалочный (напорный) чан должен быть такой же емкости, как и наибольший куб ректификационного аппарата в цехе, если в нем находится несколько аппаратов. Производство навалки в настоящее время в большинстве случаев длится 1 час. Только при колпачных или щелевых тарелках, когда навалка производится через колонну на ее 10-ю тарелку, она длится 2—3 часа. Таким образом один навалочный чан может обслужить несколько ректификационных аппаратов (навалки производятся последовательно). Остальной же спиртовой посуды должен быть полный комплект для каждого аппарата; в противном случае невозможен точный учет сгонок каждого из аппаратов.

Чан для альдегидов и эфиров должен иметь емкость, рассчитанную на 15—30 суток работы аппарата. При определении емкости этого чана надо учитывать, что при одной сгонке отби-

рается от 0,25% от навалки в куб при хлебно-картофельном спирте-сырце и 0,5% при паточном. Ввиду того, что количество получаемых альдегидов и эфиров незначительно и его можно измерить в сортировочном фонаре, один чан может обслуживать несколько аппаратов.

Чан для III начального сорта при хлебно-картофельном спирте-сырце должен иметь емкость, равную 7% от максимальной навалки спирта в куб, а при паточном спирте — даже 12%.

Если III начальный сорт не идет на приготовление денатурата, а подвергается вторичной ректификации, то нужно установить второй чан для III сортов на этаже дефлегматора или выше, чтобы можно было с него спускать спирт на верхнюю тарелку колонны.

Чан для II начального сорта при хлебно-картофельном спирте-сырце должен иметь емкость, равную 12% от навалки спирта в куб, а при паточном — даже 20%.

Чан для I сорта должен вмещать весь I сорт от сгонки самой большой навалки. Это необходимо для получения ректификата однородного качества, а также для упрощения отбора средней пробы при определении средней крепости I сорта и для анализа.

При хлебно-картофельном спирте-сырце емкость чана для спирта I сорта должна быть равна 93% от максимальной навалки спирта в куб. При паточном спирте I сорта емкость получается меньше (в среднем 85% от навалки). Емкость конического мерника, через который ректификат сдается в подвал, не должна присчитываться к емкости чана для I сорта.

Для непрерывно действующего ректификационного аппарата чан для I сорта может иметь емкость, равную сменной производительности или же полусуточной, потому что получаемый ректификат имеет постоянный состав. Иногда в качестве чана для I сорта применяют конические мерники емкостью, равной производительности аппарата за несколько часов. В этом случае часовая производительность аппарата дается в декалитрах, и процент отбора уже не играет большой роли, так как не получается низших сортов ректификата, идущих в дальнейшем на вторичную ректификацию. Обычно I сорта отбирают при непрерывно действующих аппаратах около 96—97,5%, затем получают 0,35—0,55% сивушного масла, а остальное — альдегиды, эфиры и крепкий сивушный спирт. Потери на аппарате колеблются от 0,4 до 0,6%.

Чан (общий) для II и III концевых сортов должен вместить максимально 10—12% от навалки куба, обычно даже меньше.

Чан для сивушного масла служит не только сборником торгового сивушного масла, но и сосудом для его промывания. Обычно эти чаны делают высокими цилиндрическими со смотровыми стеклами на боковой поверхности. Количество получаемого от одной сгонки сивушного масла зависит от метода работы. В конеч-

ном счете за месяц работы получают из взятого для ректификации спирта-сырца от 0,4 до 0,55% сивушного масла. Исходя из этого, рассчитывают и емкость чана. Часто ставят два чана: один из них служит для окончательной обработки сивушного масла, а второй — для его хранения уже в готовом виде.

Все чаны изготовляют из котельного железа. Чаще всего им придают форму прямоугольника. В целях более точного измерения отпускаемого спирта чаны изготовляют значительной высоты. Каждый чан снабжают лазом в виде невысокой горловины с крышкой, указательным стеклом со шкалой и кранами (наполнительным, спускным, а иногда и промывным). На крышке чана устраивают отверстие, через которое опускают наметку для замера жидкости в чане.

Конический мерник (рис. 33), иногда применяемый в качестве спиртоприемника I сорта, в большинстве случаев служит отпусным и приемным сосудом для больших количеств спирта —

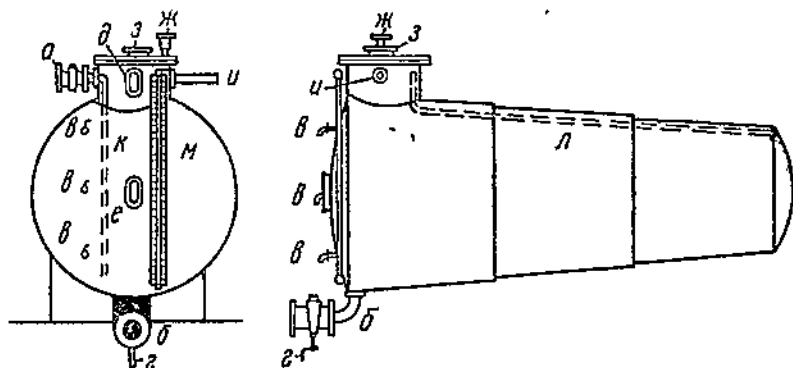


Рис. 33. Конический мерник: а — наполнительный кран; б — сточный кран; в — пробные краны; г — доливной краник; д — смотровое стекло для наблюдения уровня спирта; е — смотровое стекло для наблюдения температуры; ж — воздушник; з — иллюминатор для освещения внутренности мерника; и — труба для отвода излишков спирта сверх уровня; к — спиртопроводная трубка; л — воздухоотводная труба; м — указательное стекло со шкалой.

от 246 до 1000 дкл. Конический мерник представляет собой закрытый резервуар, имеющий форму усеченного конуса со слегка выпуклыми днищами. Выпуклость днищ придает ему прочность и устойчивость по отношению к деформациям и гарантирует постоянство объема. Большее днище представляет собой переднюю часть, несущую цилиндрическую горловину. Мерник снабжен следующей арматурой:

1) краном а, через который в него поступает спирт, краном б для спуска спирта из мерника и тремя небольшими кранами в для отбора проб из разных слоев;

2) указательным стеклом *м* со шкалой для ориентировочного определения количества спирта в том случае, когда мерник наполнен не доверху, смотровым стеклом *е* в медной рамке для наблюдения за показаниями термометра, находящегося внутри мерника (за стеклом *е*), такими же смотровыми стеклами *д* в медной рамке на горловине для наблюдения за уровнем спирта в мернике, круглым стеклом в рамке *з* на крышке горловины, рядом с которым устанавливается воздушник Истратова *ж* для предупреждения скопления спиртовых паров внутри мерника и предупреждения повышения давления;

3) наполнительной трубкой *к* от приемного крана *а* к дну мерника для предупреждения разбрызгивания спирта при наполнении его, воздушной трубой *л* в верхней части мерника для вывода в горловину воздуха, скопляющегося при наполнении мерника в задней части его. В корпусе крана *б* находится краник *г* диаметром 13 мм, через который наливают последние порции спирта при наполнении контрольной меры «под стекло» для проверки емкости мерника.

Коническая форма мерника способствует правильной и быстрой его работе. При закрытом сточном кране *б* и открытом наполнительном кране *а* спирт через трубку *к* поступает на дно, постепенно наполняя мерник до уровня, отмеченного горизонтальной чертой на рамке смотрового стекла *д*. По мере того как наполнение подходит к концу, наполнительный кран постепенно прикрывают; когда уровень спирта достигнет метки, кран закрывают полностью. Для достижения точности наполнения спирт наливают выше метки; излишек его автоматически переливается через сигнальную, или переливную, трубу в рядом стоящий цилиндрический мерник, учитывающий количество спирта в литрах и долях литра. Отобрав пробу и замерив температуру измеряемого спирта, его спускают из мерника.

Благодаря конической форме сосуда спирт стекает быстро, на стенках задерживается в незначительном количестве, так как капли падают, и стенки остаются лишь влажными. Мерник должен быть установлен так, чтобы ось его (линия, соединяющая центры обоих дний) была строго горизонтальна, а ось цилиндрической части горловины строго вертикальна. Правильность установки мерника следует проверять отвесом, а правильность объема — поверочным измерением.

Цилиндрический вертикальный мерник (рис. 34) служит для замера спирта в любых количествах до 738 л с точностью до 0,1 л. Нижнее дно мерника выпуклое, а верхнее — плоское. В нижней точке дна имеется спускная труба с краном *б*. В верхней части цилиндра находится наполнительный кран *а*. Цилиндрическая часть мерника снабжена по вертикали медными рамками на болтах со смотровыми стеклами *д* для наблюдения за уровнем спирта.

На скошенных фасках рамок нанесены деления в литрах и долях литра. В крышке мерника имеется круглое стекло в рамке *е*. Для выхода воздуха при наполнении мерника спиртом и входа воздуха при его сливе в крышке имеется воздушник *ж* Истратова. В корпусе сточного крана *б* находится краник 2 диаметром 6 мм, через который наливают последние порции спирта при наполнении контрольной меры «под стекло» для проверки емкости мерника. При закрытом сточном *б* и открытом наполнительном *а* кранах мерник наполняют спиртом до требуемого объема. Отсчет показаний производят после того, как жидкость придет в спокойное состояние. Если окажется перелив спирта, то излишек спускают через краник *е*. Этим же краником пользуются для взятия проб.

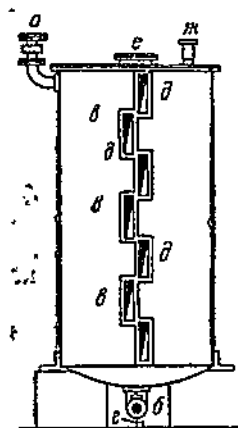


Рис. 34. Цилиндрический мерник: *а*—наполнительный кран; *б*—сточный кран; *е*—пробные краны; *д*—смотровые стекла для наблюдения уровня; *е*—иллюминатор для освещения внутренней части мерника; *ж*—воздушник

Мерник должен быть установлен на прочном фундаменте или на кронштейне из железных балочек, замурованных одним концом в стену. Ось цилиндрической части мерника должна иметь строго вертикальное направление, что проверяется отвесом и ватерпасом.

От правильности приема и отпуска спирта зависит размер потерь спирта при ректификации. Потери могут значительно увеличиваться из-за неправильного отпуска спирта из спиртового подвала.

Точность измерения II сорта и концевых сортов не имеет большого значения, так как из ректификационного цеха они редко сдаются в подвал. Большой частью они обращаются внутри цеха и учитываются только раз в месяц при отчете о работе ректификации. Поэтому для определения количества низших сортов спирта довольствуются наличием указательных стекол в чанах и прямоугольной формой чанов.

СТАХАНОВСКИЕ МЕТОДЫ РАБОТЫ

Аппаратчик ректификационного цеха имеет широкие возможности применять стахановские методы работы. Очень часто в ректификационных цехах имеется несколько аппаратов. Производительность современных ректификационных аппаратов, построенных на основе последних достижений техники, при совершенном знании принципов их устройства и действия, можно увеличить на 50—60% по сравнению с достигнутой в настоящее время, давая при этом продукцию высокого качества. Стахановской работой можно добиться получения минимальных количеств низших сортов ректификата с максимальным содержанием в них примесей (высокой их концентрацией), минимальных потерь как при ректификации спирта, так и в самом цехе, а также минимального расхода тепла. Аппаратчик может обслуживать все аппараты цеха, так как его работа сводится к внимательному наблюдению за аппаратами и периодическому дополнительному регулированию отдельных приборов аппарата. При отрегулированном аппарате и равномерном давлении пара и воды, в особенности при работе на непрерывно действующих ректификационных аппаратах, иногда в течение целой смены и даже суток не приходится изменять режима работы аппарата и прибегать к подрегулировке отдельных его приборов.

Периодически действующие ректификационные аппараты требуют от аппаратчика более напряженного внимания как по переводу на сорта, так и во все время отбора каждого сорта.

При отборе I сорта кроме того необходимо особенно тщательно наблюдать за получением спирта указанной крепости и в заданном количестве.

Аппаратчик-стахановец должен отлично знать состояние ректификационного аппарата и содержать его в образцовом порядке, периодически очищать его от механических примесей, попавших с перерабатываемым спиртом-сырцом или с охлаждающей водой. Стахановец-аппаратчик наблюдает за сборкой аппарата, ибо чем безукоризненнее произведена сборка, тем большей производительности можно достигнуть. Колонна считается правильно собранной, если тарелки ее расположены строго горизонтально, а сама колонна стоит строго вертикально. Стахановец должен следить за положением колонны, так как из-за неравномерной осадки фундамента она

спустя 2—3 года иногда отклоняется от вертикального положения, и работа аппарата нарушается. Колонна начинает работать неравномерно, сгонка идет толчками, продукты получаются плохого качества, производительность аппарата снижается.

Неправильное положение тарелок с наклоном в одну какую-либо сторону не позволяет достигнуть слоя нормальной толщины и движения жидкости, а также правильного барботажа паров с жидкостью на этих тарелках. В этом случае максимальное количество спиртовых паров проходит в том месте, где тоньше слой жидкости на тарелке, и работа колонны нарушается. При соединении царг колонны необходимо следить за тем, чтобы сливные трубки имели правильный гидравлический затвор и не доходили до дна. При значительном уменьшении расстояния от конца сливной трубки до дна тарелки стекание жидкости на нижележащую тарелку затруднено, и достаточно незначительного загрязнения (нагар, ржавчина, мелкий сор), чтобы сливная трубка оказалась совершенно засоренной, и нормальная работа колонны нарушилась. Сгонка начинает идти толчками, давление в аппарате сильно колеблется, иногда получается повышенное давление, которое остается во все время работы аппарата, хотя производительность его при этом понижается.

Стремясь уменьшить потери спирта и устранить возможность возникновения пожара, стахановец следит за герметичностью колонн и всех фланцевых соединений. В случае сомнения в герметичности куба ректификационного аппарата, наливает в него воду, но предварительно все швы внутри и заклепочные соединения промазывает несколько раз керосином, а снаружи натирает мелом (в местах, где нарушена герметичность, керосин легко проходит наружу и пропитывает мел, образуя серое пятно); ежегодно испытывает дефлегматоры, конденсаторы, холодильники и паровые змеевики на герметичность. Во время работы аппарата следит за качеством отходящей из них воды и периодически отдаёт ее в лабораторию для определения содержания в ней спирта.

Стахановец-аппаратчик, не торопясь, но и не теряя времени, должен пускать аппарат с полным знанием дела, строго соблюдать установленный режим работы и в случае необходимости останавливать аппарат и принимать меры против могущего образоваться вакуума. После остановки аппарата он должен проверить, действуют ли автоматические клапаны для впуска воздуха в аппарат.

Стахановец-аппаратчик следит за тем, чтобы во-время были приготовлены навалки, заготовлены реактивы для химической очистки, чтобы своевременно производилась очистка, чтобы посуда для спиртов была заготовлена заранее. Окончив одну сгонку, он приступает к следующей, не теряя ни одной минуты; сгонки ведет с максимально допустимой для данного аппарата скоростью. Он должен стремиться устранить неполадки производства в ректификационном цехе и соблюдать режим экономии топлива и воды.

В применении и тщательном выполнении всех этих правил образцовой работы и образцового ухода за аппаратом и заключается стахановский метод работы на ректификационных аппаратах. Именно благодаря соблюдению этих правил лучшие заводы Союза и лучшие аппаратчики добиваются высокой производительности аппарата, высокого качества продукции и сведения к минимуму потерь спирта.

ГЛАВА XI

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Работа в ректификационном цехе вследствие присутствия в воздухе спиртовых паров при несоблюдении правил техники безопасности может быть вредной для здоровья работающих в нем. Известную опасность представляет она также и с пожарной точки зрения ввиду образования в воздухе (при нарушении герметичности аппарата) взрывчатых смесей. Поэтому в ректификационных цехах необходимо строго соблюдать изданные правительством правила техники безопасности.

Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочих помещений следующие (табл. 15).

Таблица 15

Предельно допустимые концентрации паров

Пар	Предельно допустимая концентрация (в мг/л)	Пар	Предельно допустимая концентрация (в мг/л)
Ацетона	0,2	Этилового спирта . . .	1,0
Амилцетата	0,2	Этилацетата	0,2
Амилowego спирта . . .	0,05	Этилового эфира	0,3
Бензина	0,5		
Бензола	0,2		
Метилового спирта . .	—		

Борьба с отравлениями и профессиональными заболеваниями должна вестись по линии: герметизации аппаратуры, правильной вентиляции и тщательного инструктажа рабочих.

В ректификационных цехах спиртовых заводов СССР созданы такие условия работы, что, несмотря на вредность спиртовых паров для здоровья, случаев отравления среди аппаратчиков не бывает. Нередко можно встретить аппаратчиков, проработавших много лет и чувствующих себя отлично, что свидетельствует о том, что соблюдение правил техники безопасности делает работу в ректификационных цехах безвредной.

Спиртовые пары огнеопасны, а в смеси с воздухом и взрывчаты. Взрывы получают в результате энергичного взаимодействия

спиртовых паров с кислородом воздуха при определенной температуре и сильного расширения образующихся при этом газообразных продуктов. Как и всякая химическая реакция, взрывы происходят только при определенных условиях, т. е. при наличии соответствующих концентраций взрывчатых смесей и подогреве их до необходимой температуры,

Температурой воспламенения любой газовой смеси является такая температура, при которой развиваемое данной реакцией тепло с избытком компенсирует потерю тепла от теплопроводности и тому подобных причин. При этом происходит возгорание смеси, распространяющееся затем уже самостоятельно. Температура воспламенения зависит не только от состава данной газовой смеси, но и от способа ее нагрева. Часто имеет место «запаздывание» воспламенения, т. е. имеется короткий период времени, в течение которого реакция горения протекает без образования видимого пламени.

Огнеопасность и взрывоопасность паров принято определять по температуре их вспышки. Температура вспышки жидкости есть температура воспламенения ее насыщенных паров.

Исследованиями и наблюдениями для многих веществ установлены пределы концентрации, выше и ниже которых взрывы не происходят. Повышение давления газо- и паро-воздушных смесей увеличивает их взрываемость.

Таблица 16

Взрывоопасные концентрации паров и газов с воздухом

Пар	Температура вспышки (в °C)	Воспламенение		Границы взрывчатости			
		Температура (в °C)	Проц. вещества в воздухе	в % к объему воздуха		в г/м³	
				нижний предел	верхний предел	нижний предел	верхний предел
Ацетона	—17	500	4—8	1,6	9	40	225
Легкого бензина	—35	—	—	1	6,5	33	215
Бензола	—12	587	5	1,0	8	33	300
Метилового спирта	От 1 до 32	505	насыщен. пар	5,5	36,5	73	485
Этилового спирта.	От 9 до 32	450 480—495	27—28 5	2,8	13,7	50	260
Уксусноэтилового эфира	—2	—	—	0,8	50	25	1580
Этилового эфира (серного).	—40	178—184	3,5—4,8	1,2	48	46	1500

Основные мероприятия для предотвращения взрывов и пожаров заключаются в следующем,

1. Тщательная и надежная герметизация аппаратов, а также устройство правильно рассчитанной и надежно действующей вентиляции.

2. Запрещение применять открытый огонь, исключение возможности возникновения искр из-за неисправности электрооборудования, из-за отсутствия заземления статического электричества, из-за ударов металлических частей о металл и т. п.

3. Соблюдение существующих правил пожарной безопасности при постройке и оборудовании ректификационных цехов.

4. Обеспечение помещений приспособлениями для тушения пожара (огнетушителями, сигнализацией), а также хорошо подготовленными кадрами.

5. Массовый инструктаж всех работников производства по профилактическим противопожарным мероприятиям.

Разработать общеобязательные правила безопасности для ректификационных цехов на все могущие возникнуть случаи не представляется возможным. Однако имевшие место аварии с аппаратами и пожары дают возможность наметить ряд следующих конкретных мер предосторожности.

1. Наблюдать за герметичностью всех соединительных частей аппаратов, фланцевых соединений трубопроводов, за исправностью арматуры и предохранительных приборов. Даже при самой небольшой неплотности и неисправности аппарата спирт или его пары могут проникнуть в помещение цеха, что при плохой вентиляции и недостаточной осторожности работников может стать причиной крупных аварий и несчастных случаев.

2. Строго следить за уровнем воды в напорных баках и за поступлением воды в дефлегматоры, конденсаторы и холодильники. Падение уровня воды в напорных баках свидетельствует о недостаточной подаче воды. В таком случае необходимо принять меры к восстановлению нормального уровня воды. Если засорится трубопровод, питающий водой охлаждающие поверхности дефлегматоров, конденсаторов и холодильников, то из воздушников (если они не выведены из помещения цеха), а также из фонарей может потечь горячий спирт, стакан фонаря может лопнуть, и в помещении появятся пары спирта.

3. Не допускать повышения давления в ректификационных аппаратах любой системы выше 0,5 ат, что отвечает 5 м вод. ст. В противном случае может нарушиться герметичность аппарата (фланцев царг колонн), и вследствие прохода спиртовых паров через неплотности с большой скоростью может произойти насыщение воздуха парами спирта.

4. Строго следить за исправностью водомерных стекол, смотровых, сортировочных фонарей и всех кранов и вентилей на трубопроводах. Неисправность арматуры способствует систематическому поступлению спиртовых паров в воздух и не дает возможности следить за правильным ходом работы аппаратов.

5. Не допускать поступления горячего спирта в фонарь; в противном случае он может лопнуть.

6. Не производить кузнечных и слесарных работ с ударами же-

леза о железо или металла о камень и бетон без принятия соответствующих мер, как-то: смачивания металла минеральным маслом, а камня и бетона — в обильном количестве водой.

7. Тщательно промывать и пропаривать острым паром (до полного удаления паров спирта) аппараты колонн, кубов, дефлегматоров, конденсаторов, холодильников, спиртоприемников и др. перед проведением ремонтов и чистки.

Неполная подготовка аппарата к ремонту может стать причиной несчастных случаев, отравления рабочих и взрывов.

8. Не курить, не зажигать спички в цехе, не пользоваться открытым огнем и сильно нагретыми металлическими предметами (паяльниками) и не проводить работ, связанных с появлением искры от электричества.

Пожары от зажженной спички или брошенного окурка папиросы возникают чрезвычайно быстро, если огонь попадает непосредственно в спирт или в легко воспламеняющиеся жидкости.

9. Работы с открытым огнем (переносное горно, паяльная лампа и др.) производить с подветренной стороны и по возможности дальше от помещения ректификационного цеха. Возле рабочего места в этом случае должен находиться представитель пожарной охраны с огнетушительными средствами. По прекращении работы огонь гасить и заливать водой.

10. Не сушить на паропроводах и вентилях досок, тряпок, спецодежды, рукавиц, обуви и других легко воспламеняющихся материалов.

11. Складывать использованный обтирочный материал в особые металлические ящики с крышками. По окончании смены все, что накопилось в ящике, выносить за пределы цеха в особо отведенное на заводе место.

Промасленные концы, тряпки и пр. опасны в пожарном отношении вследствие их самовозгорания. Особенно опасен обтирочный материал, пропитанный растительными маслами и жиром.

12. Не оставлять обтирочного материала на подшипниках движущихся частей машин.

13. Строго следить во время хода машин (перемешивающих приспособлений для сортировки) за тем, чтобы трущиеся части своевременно и в достаточной мере были смазаны вполне доброкачественными материалами.

14. Не устанавливать электромоторов в помещении ректификационного цеха: моторы должны устанавливаться в специально изолированном помещении. Непосредственное сообщение (через двери, окна) между отделением для моторов и ректификационным цехом запрещается.

15. Запрещается давать электрический свет в помещение ректификационного цеха через иллюминаторы. В этих случаях электрические лампочки помещать в нишах стен и крыш за специальными герметически установленными стеклами.

С разрешения органов пожарной охраны может быть допущено внутреннее освещение с применением герметической электроаппаратуры взрывобезопасного типа РВ-100.

16. Закладывать все лампы (при наличии внутри цеха электрического освещения) в герметическую газо- и взрывобезопасную арматуру. Электроустройство должно регулярно осматриваться специально выделенным электромонтером.

17. Ни в каком случае не пользоваться переносными лампами от осветительной линии.

18. В качестве переносных источников света применять переносные электрические лампочки в специальных кожухах с постоянными сухими элементами или аккумуляторными батареями с низким вольтажем.

19. Электрические провода во избежание короткого замыкания, от которого может произойти пожар, проводить по наружным стенам, а при внутренней проводке — в изолированных металлических трубках. Выключатели, рубильники и предохранители устанавливать вне производственного помещения. Не применять в цехе открытые патроны для электрических ламп.

20. Не вешать одежду или какие-либо предметы на выключатели и прочие приборы электропроводки.

21. Снимать или устанавливать электрические лампочки исключительно при выключенном токе, иначе возможно образование искры.

22. Убирать из ректификационного цеха по окончании ремонтных работ все лишние строительные материалы (щепу, мусор и прочий горючий материал).

23. Следить за тем, чтобы во всех рамах окон были вставлены стекла и чтобы открывающиеся форточки и рамы были исправны и быстро закрывались. Наблюдать, чтобы двери, ведущие наружу и в соседние помещения, были исправны и герметически закрывались; не запирают дверей.

Двери в ректификационном цехе должны быть огнестойкими. Они могут быть обиты железом в замок по асбесту или по войлоку, смоченному в жидкой глине: такие двери сравнительно долго не поддаются огню.

24. Не загромождать и не загромождать проходы в ректификационном цехе какими-либо предметами, материалами или тарой (бочками, посудой и т. д.).

25. Не хранить посторонних предметов и материалов в цехе и в спиртовом подвале.

26. Устанавливать в ректификационном цехе и в спиртовом подвале в достаточном количестве и в нескольких местах мокрые и сухие огнетушители, сухой песок в ящиках (железных) и мешочках.

27. Наблюдать, чтобы возле здания ректификации в различных местах было несколько вагонов песка.

28. Не загромождать пожарный инвентарь и оборудование и не применять не по назначению пожарные рукава, пожарные краны, огнетушители, лопаты, песок и т. п.

29. В цеховом помещении и спиртохранилище держать ящики с масками, противогазами.

30. Всякого рода ремонт аппаратуры производить только под наблюдением ректификатора или его сменного помощника с соблюдением необходимых мер предосторожности (предварительно освобождая и охлаждая аппаратуру и т. п.).

31. Пайку или сварку змеевиков, охлаждающих трубок дефлегматоров, конденсаторов и холодильников, а также других приборов производить только вне цеха.

В случае необходимости произвести пайку или сварку внутри цеха, принимать следующие меры:

1) работу на аппаратах заканчивать не позже, чем за 2 часа до пайки;

2) спирт из аппарата и спиртоприемников полностью удалять в спиртохранилище;

3) помещение ректификационного цеха, где будет производиться пайка, тщательно проветривать открыванием окон и дверей;

4) все приспособления для огнетушения приводить в полную исправность и готовность;

5) баллоны с кислородом или другим горючим газом помещать в тамбуре или вне цеха под железным колпаком.

Ректификатор (или его заместитель) должен предварительно проверить соблюдение всех мер предосторожности, после чего и только по его распоряжению можно приступить к пайке или сварке и зажигать горелки.

32. При работе хотя бы одного аппарата не допускать пайки или сварки внутри цеха.

33. Заземлять спиртоприемники, мерники спирта и спиртовые цистерны.

ЛИТЕРАТУРА

- Л. Ф. Розманит и С. Ф. Древновский, Ректификация и холодная очистка спирта, 1893.
- Ю. И. Челушкин, Горячая очистка спирта, 1896.
- Меркер-Дельбрюк, Руководство по винокурению (под ред. А. А. Фукса), 1903—1906.
- Г. Н. Тютюников, Аппаратчики цеха переработки сырого бензола коксохимического завода, 1936.
- В. Ю. Кржижановский, К характеристике ректификационных аппаратов новейших конструкций, 1912.
- Руководство к винокурению, журнал «Вестник винокурения», 4-е изд., 1913.
- Г. Фот, Руководство к производству спирта, вып. 3-й, 1934.
- Г. И. Фертман, Химия спиртового производства, 1936.
- А. Н. Граднанов, Разбор практикующихся методов исправления спирта перед ректификацией, «Трубы ВНИИСПа», сборн. I, 1933.
- А. П. Ситников, Химическая очистка спирта в связи с ректификацией. Рационализация винокуренной промышленности, 1931.
- Ректификация в органической химической промышленности, под ред. И. И. Воронцова.
- Н. М. Кузнецов, Е. Н. Алексеев, А. Г. Забродский, В. Л. Цорин, Исследование работы брагоперегонных и ректификационных аппаратов, 1935.
- Проф. А. А. Киров, Аппараты для ректификации спирта, 1940.
- И. С. Климентов, Каталог машин и аппаратуры по водочной промышленности.
- «Труды Технического комитета Главного управления лежалых сборов и казенной продажи питья за 1909 г.», т. XXII, изд. 1911 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

	Стр.
Введение	3
Глава I. Основы ректификации	6
I. Состав спирта-сырца и свойства его примесей	6
II. Химическая очистка спирта-сырца	8
1. Определение количества марганцевоокислого калия, необходимого для очистки спирта	9
2. Определение количества щелочи, необходимого для очистки спирта-сырца	11
3. Методы химической очистки спирта-сырца	12
III. Очистка спирта-сырца ректификацией	13
1. Коэффициент испарения K	14
2. Коэффициент ректификации K'	17
3. Методы ректификации	19
Глава II. Ректификационные аппараты периодического действия	21
1. Куб	21
2. Ректификационная колонна	28
3. Дефлегматоры	36
4. Холодильник	39
5. Сортировочный фонарь	43
6. Сивухопромыватель	44
7. Паровой регулятор	46
Глава III. Работа на периодически действующих аппаратах	49
I. Практика работы на периодически действующих аппаратах типа Савалля	49
1. Навалка куба	49
2. Нагрев аппарата	50
3. Сгонка	50
4. Опорожнение куба и очистка аппарата	57
II. Способы ведения ректификации спирта	58
1. Замедленные сгонки	58
2. Крепкие навалки	60
3. Сложные крепкие навалки	61
4. Ректификация спирта с вводом в колонну низших сортов ректификата	63
5. Способ Гильома	70
6. Навалка спирта-сырца через колонну аппарата	72
7. Усовершенствованные способы работы	76
8. Единый метод ректификации	84
Глава IV. Контроль работы периодически действующих аппаратов	88
I. Учет работы аппарата	88
II. Причины и способы устранения ненормальностей в работе аппарата	95
1. Залив сортировочного фонаря	95
2. Переполнение тарелок ректификационной колонны	97

	Стр.
3. Уменьшение струи спирта в сортировочном фонаре при падении давления в аппарате	98
4. Самопроизвольное прекращение поступления спирта в сортировочный фонарь	98
5. Уменьшение крепости спирта	100
6. Выбрасывание жидкости из верхнего резервуара парового регулятора	102
Глава V. Непрерывно действующие ректификационные аппараты	105
I. Принципы и схемы устройства	105
II. Системы непрерывно действующих ректификационных аппаратов	110
1. Аппарат Э. Барбе	110
2. Аппарат Гильома	119
III. Непрерывно действующие брагоректификационные аппараты прямого действия	131
1. Аппарат Барбе прямого действия	131
2. Аппарат типа Барбе полупрямого действия	133
3. Аппарат Гильома	135
Глава VI. Работа на непрерывно действующих ректификационных и брагоректификационных аппаратах	137
I. Работа на ректификационном аппарате Барбе	137
1. Проба аппарата водой	137
2. Пуск аппарата	139
3. Остановки и повторный пуск аппарата	147
II. Работа на непрерывно действующем брагоректификационном аппарате Барбе	149
1. Аппарат прямого действия	149
2. Аппарат полупрямого действия	155
III. Работа на ректификационном аппарате Гильома	156
IV. Работа на брагоректификационном аппарате Гильома	162
V. Причины нарушения нормальной работы непрерывно действующих ректификационных и брагоректификационных аппаратов и способы их устранения	162
1. Засорение бражной колонны	163
2. Перебои в работе бражного насоса	165
3. Засорение сливных трубок в бражной колонне	166
4. Перебои в работе регулятора барды	166
5. Недостаток воды в водонапорном баке	167
6. Переполнение бражной колонны бражкой	167
7. Течь в бражных эмеевиках	167
8. Появление белой мути и зерновой шелухи в крепком сивушном спирте	168
9. Заполнение выварной камеры ректификационной колонны люттерной водой	168
10. Недостаточное охлаждение дефлегматоров и конденсаторов	169
11. Выбрасывание спиртовой жидкости через воздушники конденсаторов	169
12. Перелив сивушного масла через фонарь, стоящий перед маслоотделителем	169
13. Плохое-расслоение сивушного масла в маслоотделителе	170
14. Нарушение работы сифона маслоотделителя	170
15. Плохое стекание эфиров и крепкого сивушного спирта из фонарей в сборники	170
16. Порча тальпотасметров	171
VI. Мероприятия, предупреждающие быстрый износ аппарата	171
VII. Уход за аппаратами и текущий ремонт	174

VIII. Преимущества непрерывно действующих аппаратов перед периодически действующими	175
Глава VII. Расход пара и воды на ректификацию в аппаратах раз- ных систем	178
I. Расход пара	178
1. Периодически действующие аппараты	178
2. Непрерывно действующие аппараты	185
3. Брагоректификационные аппараты	187
II. Расход воды	188
Глава VIII. Определение производительности ректификационных аппаратов	190
1. Периодически действующие аппараты	190
2. Непрерывно действующие аппараты	196
Глава IX. Вспомогательное оборудование	198
Глава X. Стахановские методы работы	203
Глава XI. Техника безопасности	206
Литература	212

Редактор А. В. Лучинская

Тираж 6000. Подписано к печати 16/V 1941 г. Л11964. Печ. л. 13^{1/2}. Авт. л. 15,75. Зн. в п. л. 47376
Цена 5 р. 20 к.

Типография им. Воровского Госпланиздата, гор. Калуга. Зак. 32.