

На правах рукописи

ЧЕБЫШЕВА АННА МИХАЙЛОВНА

**РАЗРАБОТКА УСОВЕРШЕНСТВОВАННОЙ СЕТЧАТОЙ
РЕГУЛЯРНОЙ НАСАДКИ ДЛЯ РЕКТИФИКАЦИИ И
ИССЛЕДОВАНИЕ ЕЕ ХАРАКТЕРИСТИК**

2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2025

Работа выполнена в Акционерном обществе «Российском научном центре «Прикладная химия (ГИПХ)»

Научный руководитель: **Блинов Илья Андреевич** – кандидат технических наук, начальник лаборатории «Новые безопасные химические технологии» АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)»

Официальные оппоненты: **Лаптев Анатолий Григорьевич** - доктор технических наук, профессор, профессор кафедры инженерной экологии и безопасности труда ФГБОУ ВО «Казанский государственный энергетический университет»

Бальчугов Алексей Валерьевич - доктор технических наук, доцент, проректор, профессор кафедры машин и аппаратов химических производств ФГБОУ ВО «Ангарский государственный технический университет»

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский политехнический университет»

Защита диссертации состоится «17» сентября 2025 г. в 14 часов 30 минут на заседании Диссертационного Совета 24.2.385.11 при ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна» по адресу: 198095, г. Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, д. 4, зал заседаний Учёного совета, А-233.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна» по адресу: 198095, г. СПб, ул. Ивана Черных, 4, и на сайте <https://sutd.ru/nauka/dissertacii/>.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью, просим направлять по адресу: 198095, г. Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, д. 4. В отзыве указываются фамилия, имя, отчество, почтовый адрес, телефон и адрес электронной почты (при наличии), наименование организации, должность лица с указанием структурного подразделения, представившего отзыв (п.28).

Автореферат разослан «___»_____ 2025 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

кандидат технических наук, доцент
Соколова Виктория Александровна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Одним из самых распространенных методов выделения продуктов химического синтеза требуемого качества является ректификация. В связи с этим, актуальность работы обусловлена необходимостью решения научно-технических задач при создании новых ресурсосберегающих производств химической, нефтехимической, нефтеперерабатывающей, нефтегазовой, фармацевтической и пищевой отраслей промышленности.

Современными внутренними контактными устройствами ректификационных колонн являются регулярные (структурированные) насадки, обладающие высокой разделяющей и пропускной способностью в сочетании с низким гидравлическим сопротивлением и минимальным временем пребывания продукта в зоне контакта. Особенно, эти показатели являются определяющими при ректификации термолабильных соединений, при создании энергосберегающих технологий с аппаратами со связанными тепловыми потоками, для процессов, где в зоне ректификации могут протекать реакции с образованием нежелательных побочных продуктов. Применение регулярных насадок за счет их высокой эффективности и низкого гидравлического сопротивления позволяют существенно сократить материалоемкость колонного оборудования по сравнению с использованием нерегулярных (насыпных) насадок или тарелок.

Регулярные насадки могут изготавливаться из керамических и полимерных материалов, а также металлов. Как правило, выбор конструкционного материала насадки определяется коррозионной активностью среды.

Линейка сетчатых регулярных насадок ГИПХ, производимых в АО «РНИЦ «Прикладная химия (ГИПХ)», является одним из примеров успешного импортозамещения. Тем не менее, необходимость поддержания конкурентоспособности по отношению к современным аналогам, а также отсутствие проверенных методик расчета массообменных устройств на основе регулярных насадок ГИПХ делает актуальным разработку новой модификации насадки и разработку методики расчета ректификационных колонн, оснащенных такой насадкой.

Степень разработанности. Широкое промышленное применение в большинстве массообменных ректификационных процессов получили металлические регулярные насадки, которые изготавливают из просечно-вытяжных листов, гладких листов и сетки полотняного плетения. Примерами регулярных насадок, изготовленных из металлических листов являются Sulzer Mellapak, Koch Glitsch (FLEXIPAC, INTALOX), Montz-Pak, а изготовленных из проволочно-тканной сетки являются Sulzer типа BX, Инжехим, ГИПХ и др.

В Российском научном центре «Прикладная химия (ГИПХ)» изготавливают и поставляют на промышленные предприятия различные типы сетчатых регулярных насадок с начала 80-х годов. Первая регулярная насадка представляла собой конструкцию волнистой насадки из проволочной сетки с косоугольным рифлением под углом 30° с шагом гофрирования 17 мм. Гидродинамика и массообмен этой насадки хорошо изучены и используются для сравнения в настоящей работе.

Позднее в начале 90-х годов была разработана сетчатая регулярная насадка, получившая название насадка ГИПХ. Конструкция насадки представляет собой гофрированные полосы сетки с шевронным рифлением под углом 45° с двумя шагами гофрирования – 22 и 14 мм. Они успешно внедрены на многих промышленных предприятиях.

Для описания и расчета гидродинамических и массообменных характеристик металлических регулярных насадок известны полуэмпирические зависимости. В 1985 году Д. Л. Браво с соавторами разработали расчетную модель Separations Research Program I (SRP I) для описания массопереноса в регулярных насадках. Модель адекватно описывает массоперенос на металлических регулярных насадках из листовых материалов

(Sulzer Mellapak, Koch Glitsch, Flexipac, Intalox, Махрак и др.) и проволочно-тканной сетки (Sulzer типа BX, Montz Pak). Модель включает в себя расчет высоты эквивалентной теоретической тарелки (ВЭТТ) и перепада давления металлических регулярных насадок. Позднее разработана уточненная модель SRP II, которая связывает перепад давления и массоперенос с коэффициентом задержки жидкости. В работе Ж.Ж. Гуалито уравнения модели SRP II были модифицированы для расчета керамических и полимерных насадок.

Методик расчета для сетчатых металлических насадок шевронной конструкции ГИПХ не разработано.

Цель и задачи работы. Целью работы является усовершенствование конструкции сетчатой регулярной насадки с шевронным гофрированием для повышения эффективности массообмена, а также разработка методики расчета колонных аппаратов для ректификации, оснащенных насадкой новой конструкции.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- 1) Разработка усовершенствованной конструкции сетчатой регулярной насадки с названием ГИПХ-10 с минимальным шагом гофрирования сетки.
- 2) Разработка методики расчета высоты эквивалентной теоретической тарелки (ВЭТТ) для насадки ГИПХ-10.
- 3) Экспериментальное исследование распределяющей способности насадки ГИПХ-10 и исследование характера течения пленки жидкости по её поверхности в зависимости от высоты насадочного слоя с целью определения рекомендаций по частоте установки распределительных устройств в ректификационных колоннах.
- 4) Экспериментальное определение на модельных смесях ВЭТТ и гидравлического сопротивления насадки ГИПХ-10.
- 5) Проверка разработанной методики расчета ВЭТТ на примере ректификации продуктов реакции синтеза метиламинов и оценка применимости полученных результатов на колоннах различного диаметра.

Научная новизна. Разработана новая конструкция сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 шевронного типа с минимальным шагом гофрирования 7 мм.

Впервые разработана и экспериментально проверена методика расчета определения высоты эквивалентной теоретической тарелки и гидравлического сопротивления колонных аппаратов, оснащенных регулярной насадкой ГИПХ-10, экспериментально показано, что отклонение расчетной высоты от экспериментальной составляет величину не более 16 %.

Экспериментально определены основные гидродинамические и массообменные характеристики регулярной сетчатой насадки конструкции ГИПХ-10. Установлено, что значение высоты эквивалентной теоретической тарелки, как меры эффективности массообмена, лежит в диапазоне 0,1..0,15 м, таким образом, насадка ГИПХ-10 по эффективности превосходит ранее известные конструкции листовых регулярных насадок в 4-5 раз, сетчатых – 1,5-2,5 раза, а величина гидравлического сопротивления не превышает значение 180 Па/м, что соответствует значениям сопротивления других регулярных насадок.

Впервые разработаны рекомендации по конструкции ректификационной колонны, оснащенной сетчатой регулярной насадкой ГИПХ-10, для отгонки остаточного триметиламина в производстве метиламинов. Установлено, что при масштабировании ректификационных колонн с регулярной насадкой ГИПХ-10 отклонение величин высоты эквивалентной теоретической тарелки не превышает 21,5%.

Теоретическая и практическая значимость. Проведенные экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 на модельных смесях и смесях метиламинов показали, что по эффективности она превосходит свои отечественные и зарубежные аналоги. Это связано с более равномерным распределением жидкости и пара по сечению насадки за счет конструкции шевронной формы и большей удельной поверхности насадки, а также благодаря ее хорошей смачиваемости ввиду сетчатого полотняного плетения насадки.

На основе разработанной методики расчета выданы рекомендации по созданию колонных аппаратов, оснащенных регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10, для ряда опытных, опытно-промышленных и промышленных производств.

Внедрение предложенных конструкций насадки ГИПХ-10 в производства филиала «ЦЭНКИ» – НПЦ КРТ, п.г.т. Дальнее Константиново и АО «Салаватский химический завод» г. Салават, позволило существенно повысить эффективность производственных процессов и показатели качества целевых продуктов, а также снизить количество образующихся отходов.

Объект исследования – сетчатая регулярная насадка ГИПХ-10 усовершенствованной конструкции.

Предмет исследования – массообменные и гидродинамические процессы, протекающие на поверхности регулярной насадки ГИПХ-10.

Методология и методы исследования.

Методологическую основу исследования составили методы физического и математического моделирования процесса ректификации. В работе использовалась программа Microsoft Excel и программный продукт ChemCad.

Определение состава проб модельных смесей углеводородов и смесей аминов до и после проведения процесса ректификации было реализовано с использованием аналитического метода газожидкостной хроматографии.

Положения, выносимые на защиту:

- усовершенствованная конструкция сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10;
- методика расчета ВЭТТ для сетчатых регулярных насадок ГИПХ-10;
- результаты исследования растекания жидкости по поверхности сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10;
- результаты исследования высоты эквивалентной теоретической тарелки (ВЭТТ) и гидравлического сопротивления сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 от нагрузки в условиях атмосферного давления и вакуума;
- расчетные и экспериментальные результаты ректификационной очистки смеси целевого продукта, метанола и воды от остаточного триметиламина.

Степень достоверности полученных результатов в диссертационной работе обеспечивается значительным объемом выполненных экспериментальных данных и подтверждается сходимостью полученных зависимостей с результатами численных расчетов, а также с данными, опубликованными в литературе по тематике научной работы. Помимо этого достоверность проведенных исследований обусловлена использованием современного аналитического оборудования и контрольно-измерительных приборов.

Апробация работы. Основные положения и результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на следующих научных конференциях: VIII научно-техническая конференция студентов, аспирантов, молодых ученых, к 190-летию со дня основания Технологического института «Неделя науки-2018» (Санкт-Петербург, 02-05 апреля 2018 г.), Санкт-Петербургский Научный Совет по горению и взрыву в составе объединенного Научного Совета по проблемам материаловедения, механики и прочности при Санкт-Петербургском Научном центре РАН (Санкт-Петербург, 16 ноября 2021 г., 15 ноября 2022 г., 19 марта 2024 г.), XIII научно-техническая конференция студентов, аспирантов, молодых ученых «Неделя науки-2023» (Санкт-Петербург, 11-13 апреля 2023 г.), XXIV Международная конференция «Химия и химическая технология в XXI веке (Томск, 15-19 мая 2023 г.).

Личный вклад автора состоял в поиске и обзоре данных отечественных и зарубежных литературных источников по теме исследования, в разработке конструкции насадки ГИПХ-10, в планировании и проведении экспериментальных работ на ректификационных установках, гидродинамическом стенде, а также в создании методики расчета эффективности сетчатых регулярных насадок и проверки полученных

результатов. Автором выданы рекомендации по созданию ректификационной колонны отгонки остаточного триметиламина. Все результаты работы получены при непосредственном участии автора, либо лично автором.

Соответствие паспорту специальности. Диссертация соответствует паспорту специальности 2.6.13. – Процессы и аппараты химических технологий, пунктам 4) Способы, приемы, методология исследования химических, тепловых, массообменных и совмещенных процессов, совершенствование их аппаратного оформления. 5) Способы, приемы, методология исследования химических процессов, протекающих в условиях взаимного влияния на них гидродинамики и тепломассообмена, совершенствование их аппаратного оформления

Публикации. По результатам исследований автором опубликовано 10 печатных работ по теме диссертации, в том числе 5 статей в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях, 4 материала всероссийских конференций, 1 патент РФ.

Структура и объем диссертации. Диссертация изложена на 127 страницах машинописного текста, содержит 39 рисунков, 14 таблиц и 84 формулы. Работа состоит из введения, семи глав, заключения, списка литературы и четырех приложений. Список использованных источников включает 85 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** аргументирована актуальность работы, приведены научная новизна, теоретическая и практическая значимость, а также степень разработанности темы диссертации.

В **первой главе** приведен обзор литературных данных, посвященных конструкциям контактных устройств колонных аппаратов для массообменных процессов и обзор научно-технической литературы с целью выявления известных зависимостей для расчета массообменных характеристик регулярных насадок. Представлены основные корреляции и математические уравнения описанных моделей. Произведена оценка их применимости. Определены цель и задачи исследования.

Во **второй главе** приведен алгоритм усовершенствования и получения новой конструкции сетчатой регулярной насадки и представлена сама конструкция насадки марки ГИПХ-10.

Сетчатые насадки линейки ГИПХ с шевронным гофрированием производят из полос сетки полотняного плетения с толщиной проволоки 0,24-0,25 мм и площадью ячейки 0,25 мм². Отдельные полосы насадки имеют шевронное рифление под углом 45°. Материалом сетки служит нержавеющая сталь марки AISI 321 (аналог 12X18H10T). Опыт использования такой сетки продемонстрировал хорошее качество смачивания поверхности листов сетки. При этом ранее было показано, что эффективность массопередачи в колонных аппаратах увеличивается с ростом удельной поверхности насадки, что может быть обеспечено уменьшением шага между соседними вершинами гофр сетки. Изготовление прототипов гофрированных полос с шагом гофр 5, 7 и 10 мм показало, что при гофрировании на валках сетки 5 мм происходят разрывы сетки, что делает невозможным использование такой конструкции. Таким образом, для дальнейшего исследования предложена конструкция насадки с минимально возможным шагом гофрирования полос сетки 7 мм.

Конструкция регулярной насадки ГИПХ-10 приведена на рисунке 1.

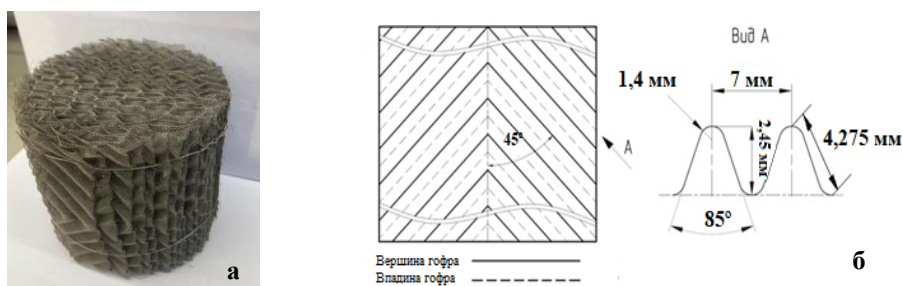


Рисунок 1 – а) внешний вид сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10; б) гофрированная сетка насадки ГИПХ-10 с шевронным рифлением

Величина доли свободного объема насадки ГИПХ-10 определялась путем заполнения регулярной насадки водой, а удельная поверхность насадки ГИПХ-10 рассчитывалась исходя из удельной поверхности сетки. Их величины составили $0,88 \text{ м}^3/\text{м}^3$ и $1000 \text{ м}^2/\text{м}^3$, соответственно.

Третья глава посвящена разработке методики расчета ВЭТТ.

В результате анализа ранее известных в литературе моделей для расчета ВЭТТ металлических регулярных листовых и сетчатых насадок определено, что для разработки методики расчета эффективности насадки ГИПХ-10 можно использовать уравнение для определения высоты эквивалентной теоретической тарелки для насадок косоугольного гофрирования, м:

$$\text{ВЭТТ} = \left[\frac{U_{Gs}}{k_G a_e} + \lambda \frac{U_{Ls}}{k_L a_e} \right] \left[\frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \right] \quad (1)$$

где U_{Gs} – средняя скорость пара в расчете на полное сечение колонны, м/с; a_e – эффективная поверхность насадки, $\text{м}^2/\text{м}^3$; λ – фактор процесса массопередачи, отношение тангенсов углов наклона равновесной и рабочей линий.

Коэффициент массопереноса со стороны паровой фазы определяется по следующему уравнению, м/с:

$$k_G = 0,054 \left(\frac{D_G}{S_g} \right) \left(\frac{U_r \rho_G S_g}{\mu_G} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu_G}{D_G \rho_G} \right)^{0,33} \quad (2)$$

где D_G – коэффициент диффузии в паре, $\text{м}^2/\text{с}$; S_g – сторона канала регулярной насадки; ρ_G – плотность паровой фазы, $\text{кг}/\text{м}^3$; μ_G – вязкость паровой фазы, $\text{Па}\cdot\text{с}$; U_r – относительная скорость газа по отношению к жидкости, м/с.

Коэффициент массопереноса со стороны жидкой фазы определяется по следующему уравнению, м/с:

$$k_L = 2 \sqrt{\frac{D_L U_{Ls}}{\pi S_g \varepsilon h_L \sin \theta}} \quad (3)$$

где D_L – коэффициент диффузии в жидкости, $\text{м}^2/\text{с}$; ε – доля свободного объема; θ – угол движения потока в элементах насадки (относительного горизонтали), град.

Коэффициент задержки жидкости рассчитывается по уравнению:

$$h_L = \left[\frac{4F_t}{S_g} \right]^{2/3} \left\{ \frac{3\mu_L U_{Ls}}{\rho_L \varepsilon \sin \theta g \left[\left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \left(1 - \frac{\Delta P / \Delta Z_{dry}}{(\Delta P / \Delta Z)_{flood}} \right) \right]} \right\}^{1/3} \quad (4)$$

где ρ_L – плотность жидкой фазы, $\text{кг}/\text{м}^3$; g – ускорение свободного падения, $\text{м}/\text{с}^2$; μ_L – вязкость жидкой фазы, $\text{Па}\cdot\text{с}$; F_t – поправочный коэффициент полной задержки жидкости, учитывающий критерии подобия Рейнольдса, Вебера и Фруда.

Перепад давления на 1 метр высоты сухой насадки может быть рассчитан по известному уравнению для регулярных насадок с косоугольным гофрированием, $\text{Па}/\text{м}$:

$$(\Delta P / \Delta Z)_{dry} = \frac{0,1775 \rho_G}{S_g \varepsilon^2 (\sin \theta)^2} U_{Gs}^2 + \frac{88,774 \mu_G}{S_g^2 \varepsilon \sin \theta} U_{Gs} \quad (5)$$

Для оценки применимости в методике расчета уравнения (5) для насадки ГИПХ-10 шевронного гофрирования необходимо определить отклонение между расчетом и экспериментальными данными.

При определении средней скорости стекания пленки по сетчатой регулярной насадке может быть использовано уравнение, полученное ранее в работе при исследовании гидродинамики и массообмена волнистой насадки из проволоочной сетки с косоугольным рифлением, м/с:

$$U_{Ls} = \frac{0,212 \cdot \rho_L \cdot g \cdot \delta_{пл}^2 \sqrt{1,46 \cdot \cos^2 \theta + 1}}{\mu_L} \quad (6)$$

где $\delta_{пл}$ – толщина пленки жидкости.

Для расчета коэффициента задержки жидкости необходимо определить фактор формы для насадки ГИПХ-10, 1/дюйм (7), величину которого можно получить экспериментально с использованием уравнения (8) при помощи определения перепада давления при режиме захлебывания насадки:

$$F_p = C_p (h_g)^{-1,1} \quad (7)$$

C_p – коэффициент фактора формы насадки, выраженный в дюймах; h_g – высота гофра, дюйм.

$$(\Delta P / \Delta Z)_{flood} = 0,115 F_p^{0,7} \quad (8)$$

Подводя итог, для построения адекватной методики расчета ВЭТТ для насадки ГИПХ-10 необходимо экспериментально определить величину перепада давления сухой насадки ГИПХ-10 и величину перепада давления при режиме захлебывания колонны, с целью уточнения коэффициента фактора формы C_p для насадки ГИПХ-10. После чего необходимо экспериментально проверить применимость разработанной методики для расчета ректификации различных смесей с учетом допущений, сделанных при использовании уравнений (1)-(6), которые были ранее разработаны при создании моделей течения жидкости по конструкциям косоугольных насадок различными авторами.

Четвертая глава посвящена описанию экспериментальных установок для изучения закономерностей гидродинамики и массообмена сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10.

Исследование растекания жидкости по поверхности сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 проводилось на гидродинамическом стенде. Стенд включает в себя прозрачную колонну диаметром 0,148 м и высотой 0,9 м, в которую помещены пакеты насадки ГИПХ-10. Количество пакетов насадки с высотой одного пакета 0,15 м изменялось от 1 до 7 штук. В качестве модельной жидкости использовалась вода. Подача орошающей жидкости на поверхность насадки осуществлялась распределителем капиллярного типа. При различных плотностях орошения с помощью секционированного пробоотборника измерялась локальная плотность орошения.

Экспериментальные исследования разделения модельных смесей методом ректификации проводились на лабораторной ректификационной установке в условиях атмосферного давления и вакуума при бесконечно большом флегмовом числе. Процесс ректификации модельной смеси циклогексан-гептан проводился при атмосферном давлении, а модельной смеси этилбензол-стирол – в условиях вакуума 50 мм.рт.ст.

Для исследования процесса ректификации смеси метиламинов с целью отгонки в виде дистиллята остаточного триметиламина использовалась многоцелевая лабораторная ректификационная установка с колонной диаметром 0,04 м и высотой слоя насадки ГИПХ-10 – 2 м.

В пятой главе представлены результаты исследования неравномерности растекания жидкости по поверхности насадки ГИПХ-10.

С целью получения рекомендаций по установке распределительных устройств по высоте колонны, как для лабораторных установок, так и для промышленных ректификационных колонн количественно оценена распределяющая способность

регулярной насадки ГИПХ-10 с помощью среднего коэффициента неравномерности распределения жидкости и локальных коэффициентов неравномерности распределения.

Средний коэффициент неравномерности распределения жидкости по поверхности регулярной насадки:

$$\alpha = \sqrt{\frac{1}{\sum S_i} \cdot \sum S_i \cdot \alpha_i^2} \quad (9)$$

S_i - локальная площадь орошаемого поперечного сечения насадки, м^2

Локальный коэффициент неравномерности распределения:

$$\alpha_i = (L_{y\partial i} - \bar{L}_{y\partial}) / \bar{L}_{y\partial} \quad (10)$$

$L_{y\partial i}$ - локальная плотность орошения, $\text{кг} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$;

$\bar{L}_{y\partial}$ - удельная плотность орошения, $\text{кг} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$.

В процессе исследования плотность орошения изменялась в пределах $0,33 \div 1,4 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$. Графики на рисунке 2 характеризуют качество распределения жидкости по всему поперечному сечению сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 и дают возможность сравнить с известными аналогами.

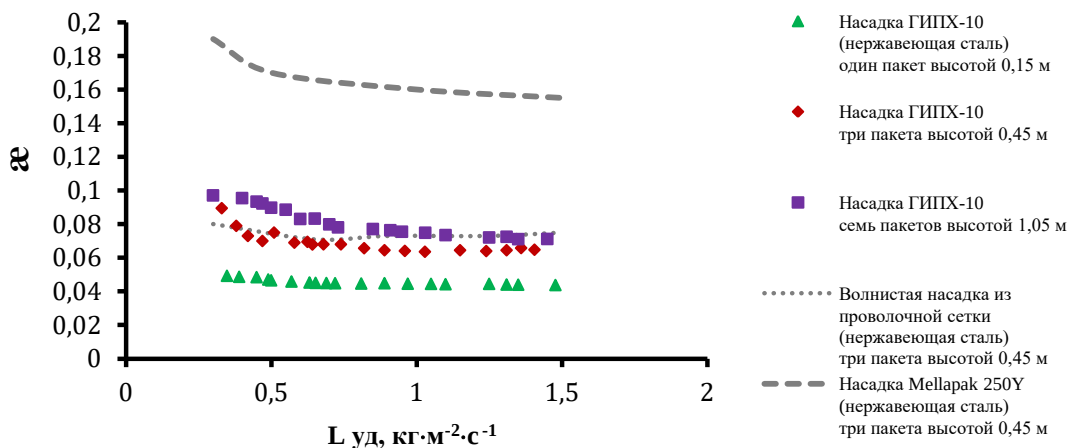


Рисунок 2 – Зависимость среднего коэффициента неравномерности распределения жидкости от удельной плотности орошения при числе точек подачи жидкости на 1 м^2 поперечного сечения орошаемой поверхности – 2100.

Рисунок 2 свидетельствует, что средние коэффициенты неравномерности распределения жидкости на насадке ГИПХ-10 и сетчатой насадки косоугольного сечения отличаются незначительно, при этом они в 2,2 раза ниже, чем у листовой регулярной насадки.

На рисунке 3 приведены эпюры распределения локальной плотности орошения по поперечному сечению сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 и ее аналогов. На рисунке 3 можно увидеть, что насадка ГИПХ-10 характеризуется симметричностью распределения жидкости, при этом величины локальных коэффициентов неравномерности распределения не превосходят $\pm 0,06$, по сравнению с этим распределение жидкости по конструкции, например, насадки Sulzer типа VX осуществляется менее равномерно, величины локальных коэффициентов неравномерности распределения достигают $\pm 0,1$.

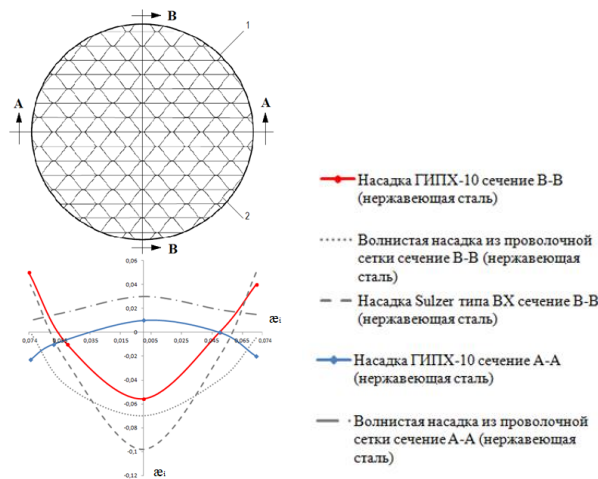


Рисунок 3 – Эпюры распределения локальной плотности орошения по поперечному сечению насадок с высотой слоя насадки 0,45 м, удельной плотностью орошения $0,62 \text{ кг} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ подачей орошения - 1400 точек на площади поперечного сечения 1 м^2 :

1 – поперечное сечение насадки,
2 – гофрированные листы насадки.

С целью выяснения причин низкого значения коэффициента неравномерности распределения проведен качественный анализ распределяющей способности насадки ГИПХ-10 при помощи растекания и смачивания модельной жидкости по двум скрепленным гофрированным полосам насадок ГИПХ-10 и Sulzer типа ВХ, имитирующим каналы в насадке. Фотографии течения жидкости представлены на рисунке 4а.

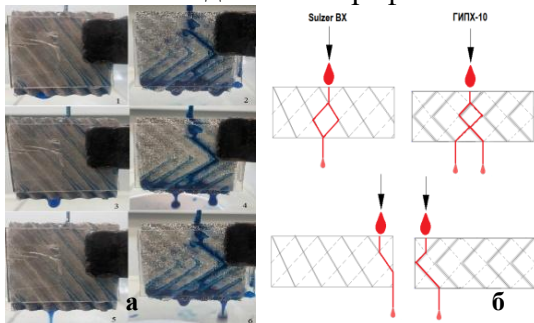


Рисунок 4 – Течение жидкости по двум скрепленным полосам насадок ГИПХ-10 и Sulzer типа ВХ

1, 3, 5 – полосы гофрированной сетки насадки Sulzer типа ВХ

2, 4, 6 – полосы гофрированной сетки насадки ГИПХ-10

1, 2 – расход 1,7 г/с

3, 4 – расход 1,9 г/с

5, 6 – расход 2,2 г/с

На рисунке 4а можно обратить внимание на то, что благодаря шевронной конструкции насадки происходит более равномерное распределение жидкостной пленки, по сравнению с насадкой косоугольного рифления. Кроме того, площадь ячейки сетки насадки Sulzer типа ВХ в 10 раз меньше, чем у насадки ГИПХ-10, что существенно ухудшает смачивание поверхности сетки, заставляя течь жидкость, подобно течению по листу металла.

Опыты по растеканию окрашенной жидкости, позволяют предположить, что жидкость течет по насадке ГИПХ-10 двумя способами: по каналам соприкасающихся гофрированных полос насадки и по углу шеврона, как показано на схеме (рисунок 4б).

Качество распределения жидкости на насадке определяет частоту установки распределителей жидкости по высоте насадочного слоя. Известно, что рекомендуемое расстояние между распределительными устройствами в колонне с регулярными насадками косоугольного рифления лежит в диапазоне $3 \div 8 \cdot D$ (где D – диаметр колонны).

Результаты описанных выше экспериментов позволяют ограничить при применении насадки ГИПХ-10 сверху частоту установки распределителей жидкости семью диаметрами, а снизу тремя диаметрами, исходя из практической целесообразности.

В шестой главе приведены результаты экспериментального определения гидродинамических и массообменных характеристик насадки ГИПХ-10, а также сравнение полученных результатов с характеристиками образцов регулярных насадок отечественных и зарубежных производителей.

Лабораторные исследования насадки ГИПХ-10 изначально проводились на ректификационной колонне диаметром 32 мм, однако, из-за существенного влияния пристеночного эффекта на величину ВЭТТ, дальнейшие экспериментальные исследования проводились на колонне большего диаметра 50 мм.

Результаты экспериментального определения перепада давления сухой насадки ГИПХ-10 на 1 метр ее высоты $\Delta p/H$ представлены на рисунке 5.

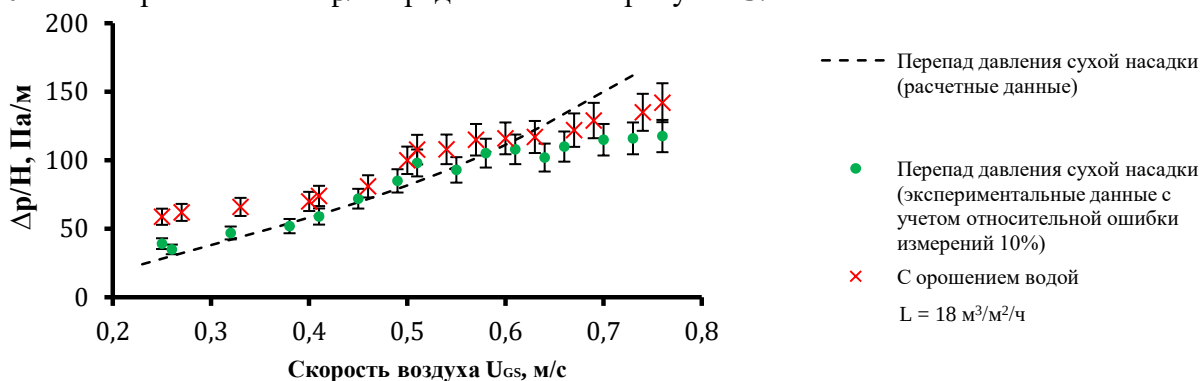


Рисунок 5 - Зависимость гидравлического сопротивления сухой насадки и с орошением.

Экспериментальные и расчетные результаты показали допустимую сходимость, исходя из этого, можно сделать вывод, что в разрабатываемой методике расчета при определении гидравлического сопротивления сухой насадки возможно применение формулы (5).

При экспериментальном определении ВЭТТ число теоретических тарелок по высоте колонны в ходе эксперимента определено аналитическим методом по уравнению Фенске.

Производительность установки оценивается величиной фактора нагрузки. Нагрузочный фактор определяется по формуле:

$$F = W_n \sqrt{\rho_G} \quad (11)$$

где W_n — скорость газа, м/с.

Экспериментальное определение ВЭТТ насадки ГИПХ-10 на модельной смеси циклогексан–гептан при различных факторах нагрузки F показало, что по эффективности она превосходит свои некоторые зарубежные аналоги из листовых материалов в 4,5 раза из сетчатых в 2-2,5 раза при проведении процесса ректификации в условиях атмосферного давления (рисунок 6). Экспериментально определенная величина ВЭТТ при этом составляет $0,11 \pm 0,15$ м.

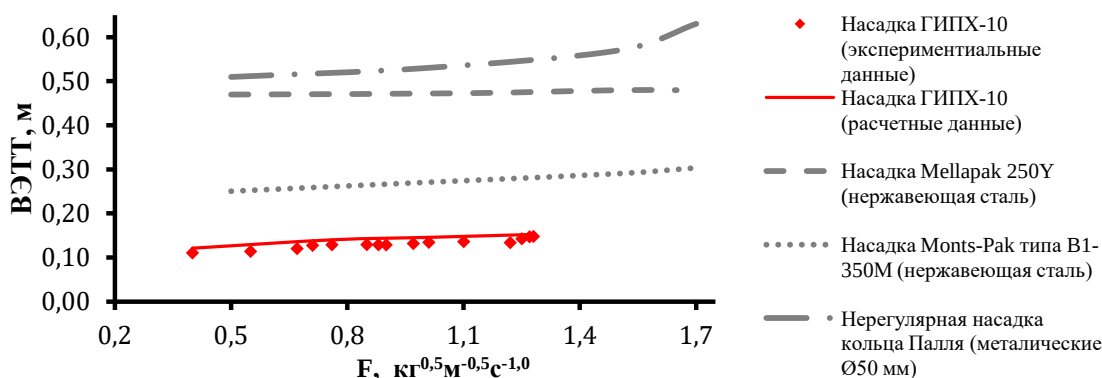


Рисунок 6 - Зависимость ВЭТТ массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси циклогексан-гептан.

При этом, на рисунке 6 нанесена кривая, созданная на основе разработанной методики, необходимо обратить внимание на хорошую сходимость экспериментальных и расчетных данных, в опытах максимальное относительное отклонение составило 8 %.

Также измерено гидравлическое сопротивление слоя насадки ГИПХ-10 (рисунок 7). Величина перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя составляет 15 ± 65 Па/м. На графике видно, что насадка ГИПХ-10 обладает меньшим перепадом давления по высоте слоя насадки в ректификационной колонне, чем все представленные образцы насадок.

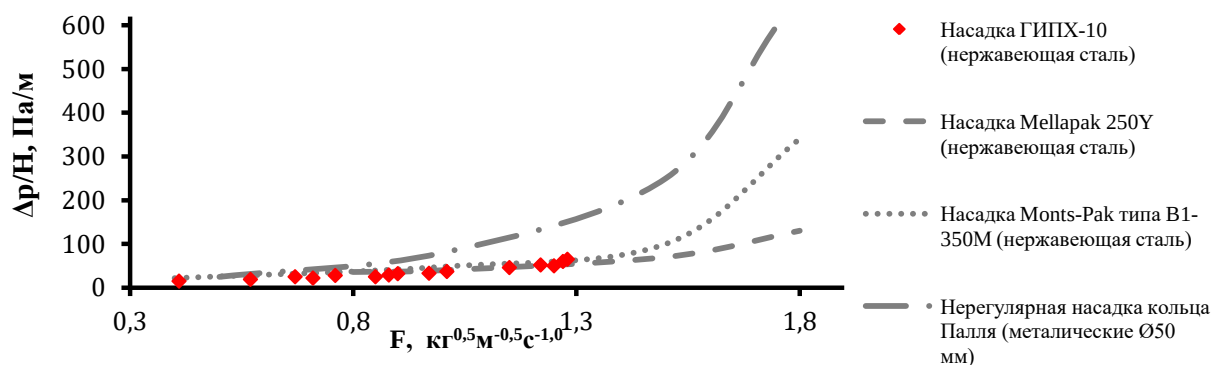


Рисунок 7 - Зависимость гидравлического сопротивления массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси циклогексан-гептан.

Экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 на модельной смеси этилбензол-стирол в условиях вакуума (рисунок 8) показали, что значения ВЭТТ варьируются в пределах $0,1 \div 0,15$ м, характеризуя тем самым хорошую разделяющую способность насадки. Эффективность насадки ГИПХ-10 в 4-5 раз выше своих аналогов из листовых материалов и в 1,5 раза выше из сетчатых насадок косоугольной конструкции.

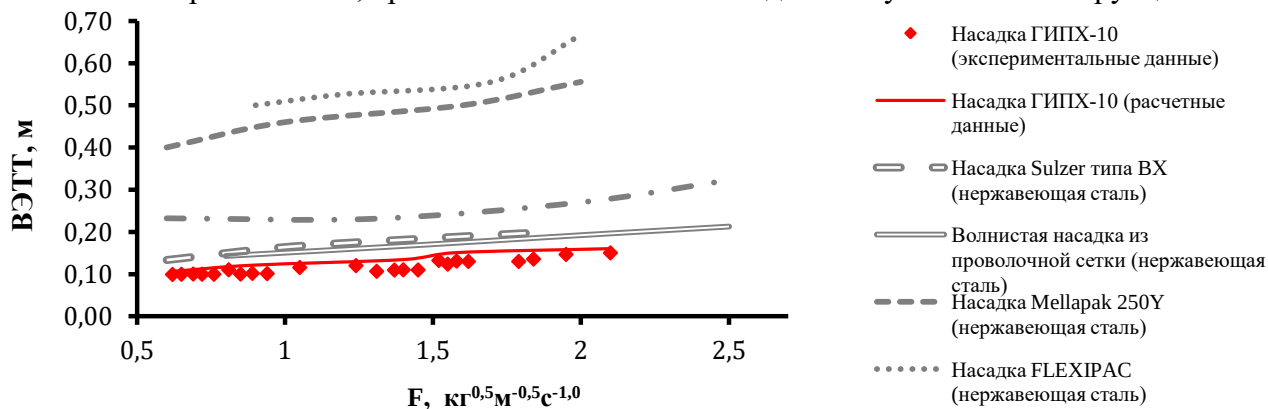


Рисунок 8 - Зависимость ВЭТТ массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси этилбензол-стирол.

На рисунке 8 нанесена кривая, созданная на основе разработанной методики. Обращает на себя внимание высокая сходимость экспериментальных и расчетных данных, в данной серии экспериментов максимальное относительное отклонение составило 16 %.

Величина перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя в условиях вакуума составляет $40 \div 180$ Па/м. На графике (рисунок 9) видно, что насадка конструкции ГИПХ-10 обладает сравнительно низким гидравлическим сопротивлением, однако лучшими характеристиками все же обладают листовые насадки FLEXIPAC и Mellapak. Причиной тому могут служить большая высота гофры и величина доли свободного объема этих насадок.

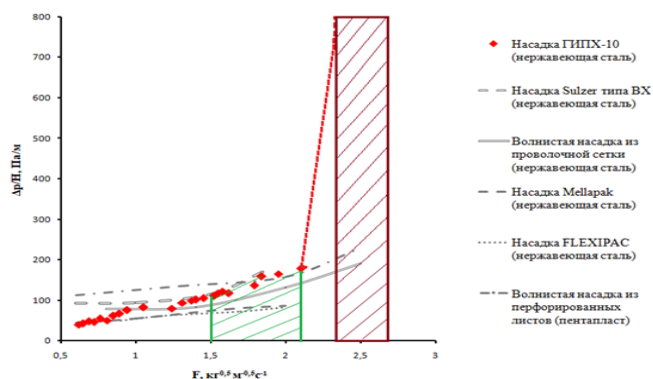


Рисунок 9 - Зависимость гидравлического сопротивления массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси этилбензол-стирол. Зеленая зона – оптимальный эксплуатационный диапазон нагрузок; бордовая зона – начало захлебывания колонны.

В условиях вакуума при факторе нагрузке в интервале: $F = 2,4 \div 2,6 \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1}$ наблюдался процесс захлебывания ректификационной колонны. Исходя из определенной в эксперименте величины перепада давления при режиме захлебывания колонны, для насадки ГИПХ-10 вычислен коэффициент фактора формы $C_p = 3$, который использовался в разработанной методике расчета ВЭТТ.

Таким образом, экспериментально показаны характерные величины ВЭТТ и перепада гидравлического сопротивления по высоте слоя насадки ГИПХ-10, которые не уступают, а, во многом, превосходят аналоги. Проверена разработанная методика расчета, однако экспериментальных данных на модельных смесях, полученных с использованием лабораторной колонны малого диаметра недостаточно для подтверждения работоспособности методики, необходимо провести проверку на колонных аппаратах большего диаметра.

В **седьмой главе** описаны результаты определения возможности масштабирования разработанной методики. Это проводилось на примере технологии выделения метиламинов из продуктов каталитического аминирования метанола аммиаком. Разработанная схема выделения ДМА из продуктов реакции синтеза метиламинов для заданного состава реакционной смеси, который приведен в таблице 1, представлена на рисунке 10.

Таблица 1 – Состав реакционной смеси на выходе из реактора синтеза

Состав	кг/ч	мас. %
Аммиак	5334,6900	66,61042
ММА	1019,5170	12,72997
ДМА	679,6780	8,48665
ТМА	509,7585	6,36499
Метанол	4,6700	0,05831
Вода	448,6500	5,60197
Инерты	11,3285	0,14145
ВКП	0,5000	0,00624
ИТОГО:	8008,7920	100

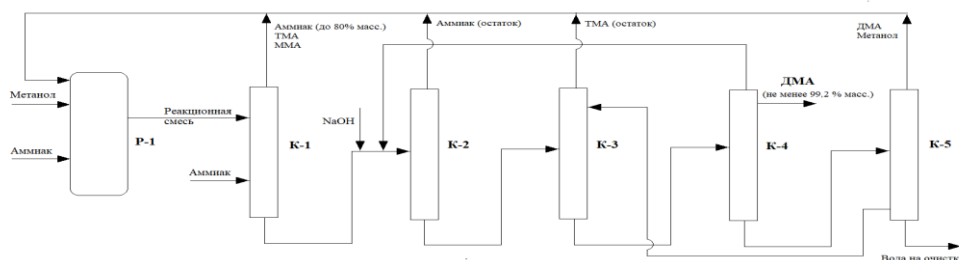


Рисунок 10 – Схема выделения диметиламина

Процесс получения ДМА включает в себя две основные стадии: стадию синтеза и стадию ректификации. В реакторе Р-1 осуществляется каталитический синтез метиламинов, затем в узле ректификации на колонне К-1 происходит отгонка из реакционной смеси азеотропа аммиака с триметиламином (ТМА) и основной массы монометиламина (ММА); на колонне К-2 осуществляется отгонка остаточного аммиака с аминами, после чего еще на колонне К-3 предусмотрена доочистка смеси целевого продукта ДМА, метанола и воды от остаточного ТМА с помощью экстрактивной ректификации, на колонне К-4 в виде бокового отбора выделяется товарный ДМА с содержанием основного продукта в нем не менее 99,2 мас. %, а на колонне К-5

осуществляется доочистка воды от остаточного ДМА и метанола, которые в виде дистиллята возвращаются обратно в цикл на стадию синтеза.

В схеме выделения ДМА для расчета ВЭТТ регулярной насадки ГИПХ-10 по разработанной методике выбрана колонна отгонки остаточного триметиламина К-3 (рисунок 11). Основное требование, предъявляемое к этой колонне: содержание ТМА в кубовой жидкости колонны К-3 не должно превышать 0,2 мас. %. Для колонны К-3 определено число теоретических тарелок, рассчитаны температурные режимы и материальный баланс колонны (таблица 2), при которых в виде дистиллята отделяется остаточный ТМА. Расчетная величина ВЭТТ, полученная при использовании разработанной методики, при ректификации многокомпонентной смеси аминов для сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 составляет 0,14 м, при этом высота насадочной части составляет 6 м с учетом коэффициента запаса 1,2.

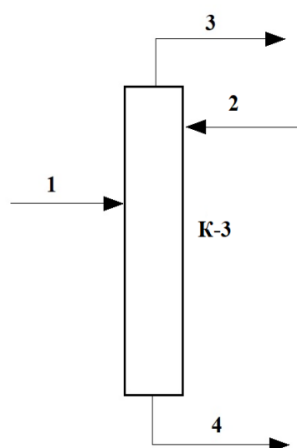


Рисунок 11 – Колонна экстрактивной ректификации К-3

Таблица 2 – Материальный баланс колонны К-3

		Состав № 1		Состав № 2	
Компоненты	кг/ч	% масс.	кг/ч	% масс.	
ДМА	632,24350	56,86572	0,00000	0,00000	
ТМА	15,75475	1,41703	0,00000	0,00000	
Метанол	4,67000	0,42003	0,00000	0,00000	
Вода	459,15000	41,29722	845,92725	100,00000	
Итого:	1111,81825	100,00000	845,92725	100,00000	
		Состав № 3		Состав № 4	
Компоненты	кг/ч	% масс.	Компоненты	кг/ч	
ДМА	0,22400	1,44574	ДМА	0,22400	
ТМА	15,26975	98,55426	ТМА	15,26975	
Метанол	0,00000	0,00000	Метанол	0,00000	
Вода	0,00000	0,00000	Вода	0,00000	
Итого:	15,49375	100,00000	Итого:	15,49375	

Экспериментальные исследования по отгонке остаточного ТМА методом ректификации, исходя из определенных расчетом параметров процесса и высоты насадочной части насадки ГИПХ-10, проводились на лабораторной и промышленной установках.

Лабораторные исследования проводились при абсолютном давлении 0,5 МПа на многоцелевой установке. Ректификационная колонна диаметром 0,04 м, с высотой слоя насадки 2 м состоит из двух царг и включает в себя шесть распределительных устройств жидкой фазы воротникового типа и два распределителя парового потока лепесткового типа. Для того, чтобы обеспечить расчетную высоту слоя насадки ГИПХ-10, необходимую для отделения в виде дистиллята остаточного ТМА, процесс ректификации проводился в периодическом режиме в три этапа. На каждом этапе на высоте 2 м в виде дистиллята отделялась 1/3 часть остаточного ТМА.

На промышленной установке процесс велся на ректификационной колонне диаметром 400 мм с высотой слоя насадки 6 м. Колонна состоит из трех царг и включает в себя три распределительных устройства жидкой фазы желобчатого типа, два распределителя парового потока лепесткового типа, три блока регулярной насадки ГИПХ-10 по 2 м каждый. Подача питания осуществляется на распределительное устройство, расположенное над вторым (считая сверху) блоком насадки.

Полученные экспериментальные результаты показали, что отделение методом ректификации остаточного ТМА в лабораторных и промышленных условиях исходя из рассчитанных параметров процесса и ВЭТТ по методике расчета возможно, при этом содержание ТМА в кубовой жидкости колонны К-3 не превышает 0,2 мас. %, а расчетные значения ВЭТТ отличаются от экспериментальных величин не более чем на 21,5%.

Таблица 3 –Результаты экспериментальных данных

Флегмовое число	Температура верха, °С	Температура куба, °С	Содержание ТМА в исходной смеси, мас. %	Расход дистиллята колонны К-3, кг/ч	Содержание ТМА в кубе колонны К-3 мас. %	ВЭТТ, м	Относительное отклонение, %
Расчетные данные							
25÷30	45÷54	115÷125	1,42	15,49	0,03	0,14	-
Экспериментальные лабораторные данные							
Опыт № 1							
27	53,9	124,8	1,44	0,06	0,60	0,17	21,5
27	53,7	124,9	0,60	0,05	0,37		
27	53,5	125,2	0,18	0,05	0,09		
Опыт № 2							
30	53,3	125,1	1,45	0,05	0,65	0,16	14,3
30	52,9	124,9	0,72	0,05	0,31		
30	53,8	125,0	0,10	0,05	0,07		
Экспериментальные промышленные данные							
35	53,5	123,8	1,43	15,55	0,05	0,16	14,3

Исходя из вышесказанного, можно сделать вывод, что разработанная методика расчета ректификационных аппаратов, оборудованных насадкой ГИПХ-10 применима для расчета ВЭТТ при проектировании промышленных аппаратов различных диаметров и при ректификации смесей различной природы.

Заключение

1. Разработана новая конструкция насадки типа ГИПХ с минимально возможным шагом рифления – ГИПХ-10. Определены основные геометрические характеристики модифицированной насадки: удельная поверхность и доля свободного объема.
2. Разработана методика расчета высоты эквивалентной теоретической тарелки для определения эффективности работы ректификационных колонн, оснащенных сетчатой регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10. Экспериментально подтверждена адекватность разработанной методики; полученные в ходе расчетов значения ВЭТТ отличаются от экспериментальных величин не более чем на 16%.
3. Экспериментально подтверждено хорошее смачивание и снижение краевых эффектов при растекании жидкости, что объясняется геометрическими характеристиками профилей насадки. Разработаны и экспериментально обоснованы рекомендации по установке распределительных устройств по высоте слоя насадки ГИПХ-10 в ректификационных колоннах. Рекомендуемое расстояние между распределительными устройствами в колонне с регулярными насадками ГИПХ-10 лежит в диапазоне $3 \div 7 \cdot D$.
4. Экспериментально показано низкое гидравлическое сопротивление насадки ГИПХ-10, а величина ВЭТТ не превышает значений известных аналогов. При перепаде давления в процессе захлебывания колонны определен эмпирический коэффициент фактора формы насадки ГИПХ-10.
5. Разработана технологическая схема ректификационного выделения диметиламина из реакционных продуктов. Выданы рекомендации по проектированию ректификационной колонны отгонки остаточного триметиламина, которые получены при использовании разработанной методики расчета и подтверждены экспериментально. При масштабировании колонны отгонки остаточного триметиламина с регулярной насадкой ГИПХ-10 масштабный эффект значений ВЭТТ оценивается не более 21,5%.

Список работ, опубликованных по теме диссертации:

Публикации и издания, входящих в перечень ВАК РФ

1. **Чебышева А.М.** Исследование закономерностей массообмена и гидродинамики регулярной насадки ГИПХ-10 при ректификации модельных смесей / А.М. Чебышева, Н.Г. Сурков, И.А. Блинов, В. Д. Лунев, Д.А. Толмачев, Н.Г. Исмагилов // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета). – 2023. – №64(90). – С. 18-25
2. **Чебышева А.М.** Оптимизация технологической схемы совмещенного производства диметиламина и монометиламина/ А.М. Чебышева, Б.М. Ласкин, Е.И. Лесохин, П.В. Рашковский, А.С. Янковский, И.А. Блинов // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета). – 2024. – №69(95). – С. 74-78
3. **Чебышева А.М.** Исследование распределяющей способности сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 // А.М. Чебышева, Н.Г. Сурков, И.А. Блинов, А. В. Зубов // Известия высших учебных заведений. Технология легкой промышленности. – 2025. – №71(1). – С. 5-9

Объекты интеллектуальной собственности

4. Патент № 2 687 064 С1 Российская Федерация, МПК С07С 241/02 Способ получения несимметричного диметилгидразина: № 2018136685 заявл. 17.10.2018 опубл. 07.05.2019 бюл. № 13 / Н.Д. Ромащенко, Н.Г. Зубрицкая, М.З. Вдовец, А.В. Масликов, **А.М. Чебышева**, заявитель АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)»

Научные публикации в прочих изданиях

5. **Чебышева А.М.** Разработка аппаратурно-технологического оформления процессов ректификации и их автоматизации в РНЦ «Прикладная химия» / В.С. Леонтьев, А.М. Чебышева, А.П. Смирнов, Н.Г. Сурков // Химическая промышленность. – 2019. – Т.96. – №5. – С. 249-252.
6. **Чебышева А.М.** Регулярная насадка ГИПХ для высокоэффективных насадочных колонн нового поколения / А.М. Чебышева, Н.Г. Сурков, А.П. Смирнов, И.А. Блинов, Н.В. Пеганова, В. Д. Лунев // Химическая промышленность. – 2021. – Т.98. – №4. – С. 173-178.

Тезисы докладов:

7. **Чебышева А.М.** История разработки ректификационных аппаратов в спиртовой промышленности / А.М. Чебышева// Неделя науки: VIII научно-техническая конференция студентов, аспирантов, молодых ученых, к 190-летию со дня основания Технологического института, г. Санкт-Петербург, 2-5 апреля.2018 г.
8. **Чебышева А.М.** Аппаратурное оформление ректификации гидразина-сырца /А.М.Чебышева, Н.Г.Сурков// Неделя науки: VIII научно-техническая конференция студентов, аспирантов, молодых ученых, к 190-летию со дня основания Технологического института, г. Санкт-Петербург, 2-5 апреля.2018 г.
9. **Чебышева А.М.** Исследование закономерностей массообмена и гидродинамики регулярной насадки ГИПХ-10/ А.М. Чебышева, Н.Г. Сурков, И.А. Блинов, В. Д. Лунев, Д.А. Толмачев, Н.Г. Исмагилов// Неделя науки: XIII научно-техническая конференция студентов, аспирантов, молодых ученых, г. Санкт-Петербург, 11-13 апреля 2023 г.
10. **Чебышева А.М.** Исследования массообменных и гидродинамических характеристик регулярной насадки ГИПХ-10/ А.М. Чебышева, Н.Г. Сурков, И.А. Блинов, В. Д. Лунев, Д.А. Толмачев, Н.Г. Исмагилов/ XXIV Международная конференция «Химия и химическая технология в XXI веке», г. Томск, 15-19 мая 2023 г.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах с указанием фамилии, имени, отчества, почтового адреса, адреса электронной почты, наименования организации, должности лица, составившего отзыв, подписанные и заверенные печатью, просим направлять по адресу: 198095 г. Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных,4.