

Государственная корпорация по содействию разработке, производству и
экспорту высокотехнологичной промышленной продукции

«Ростех»

Акционерное общество

«Российский научный центр «Прикладная химия (ГИПХ)»

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

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель
кандидат технических наук,
Блинов Илья Андреевич

Санкт-Петербург – 2025

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Обзор литературных данных по конструкциям контактных устройств массообменных процессов	8
1.1 Общие сведения о массообменных процессах.....	8
1.2 Обзор конструкций колонных аппаратов для массообменных процессов	15
1.3 Классификация внутренних контактных устройств массообменных аппаратов.....	19
1.4 Гидродинамические и массообменные характеристики насадочных контактных устройств.....	31
1.5 Модели и методики для расчета массообменных и гидравлических характеристик контактного устройства	34
1.6 Метиламины и их применение	42
Глава 2. Разработка усовершенствованной конструкции сетчатой регулярной насадки ГИПХ	44
Глава 3. Методика расчета ВЭТТ и перепада давления для сетчатых регулярных насадок ГИПХ-10.....	49
3.1 Разработка методики расчета ВЭТТ	49
3.2 Блок-схема методики расчета	54
Глава 4. Описание экспериментальных установок и аналитических методик для исследования закономерностей гидродинамики и массообмена объекта исследования.....	58
4.1 Определение доли свободного объема и удельной поверхности насадки ГИПХ-10.....	58
4.2 Стенд для исследования распределяющей способности насадки ГИПХ-10	60
4.3 Ректификационные установки для исследования ВЭТТ и гидравлического сопротивления насадки ГИПХ-10	62
Глава 5. Исследование растекания жидкости по поверхности регулярной насадки ГИПХ-10	70
5.1 Оценка распределяющей способности насадки ГИПХ-10 и выбор перераспределительных устройств	70

Глава 6. Экспериментальное определение гидродинамических и массообменных характеристик регулярной насадки ГИПХ	77
6.1 Определение высоты эквивалентной теоретической тарелки регулярной насадки ГИПХ-10	77
6.2 Экспериментальное изучение рабочих режимов и гидравлического сопротивления насадки ГИПХ-10	82
6.3 Сравнение полученных результатов с характеристиками образцов регулярных насадок отечественных и зарубежных производителей	88
Глава 7. Разработка рекомендаций к промышленному применению результатов исследования на основе технологии выделения метиламинов...	93
7.1 Описание схемы ректификации метиламинов	93
7.2 Расчет ВЭТТ для колонны отгонки остаточного триметиламина	97
7.3 Экспериментальная проверка полученных расчетов	101
Заключение	103
Литература	104
ПРИЛОЖЕНИЕ А.	113
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.	125
ПРИЛОЖЕНИЕ В.	126
ПРИЛОЖЕНИЕ Г.	127

Введение

Актуальность темы исследования обусловлена необходимостью решения научно-технических задач при проектировании и создании производств для получения продуктов химической, нефтехимической, нефтеперерабатывающей, нефтегазовой, фармацевтической и пищевой отраслей промышленности. Именно поэтому исследования в области методов разделения и очистки веществ, в частности, ректификации, приобретают особую значимость. Ректификация, как один из наиболее распространенных и проверенных временем методов, позволяет выделять целевые продукты с требуемой степенью чистоты, что напрямую влияет на качество конечной продукции и эффективность всего производственного процесса.

Степень разработанности. В современных ректификационных колоннах для эффективного разделения веществ все чаще применяют регулярные или как их еще называют структурированные насадки. Эти насадки имеют небольшой перепад давления по высоте слоя насадки при этом их способность при разделении очень высока. Помимо этого, они обладают большой пропускной способностью в совокупности с минимальным временем пребывания продукта в зоне контакта, что делает их наиболее востребованными по сравнению с тарельчатыми контактными устройствами и насыпными насадками. Особенно эти показатели являются определяющими при ректификации термолабильных соединений, для процессов вакуумной ректификации, при создании энергосберегающих технологий с аппаратами со связанными тепловыми потоками, для процессов, где в зоне ректификации могут протекать реакции с образованием нежелательных побочных продуктов. Для изготовления регулярных насадок используют различные материалы, включая керамику, полимеры и металлы.

Сетчатая регулярная насадка ГИПХ производится в России и является одним из примеров импортозамещения, тем не менее, недостаточная изученность гидродинамических и массообменных характеристик регулярных насадок ГИПХ затрудняет создание научно-обоснованных

методов расчета и внедрение в промышленность проектируемых ректификационных колонн.

Таким образом, изучение конструктивных, гидродинамических и массообменных характеристик сетчатых регулярных насадок ГИПХ с целью установления закономерностей для повышения эффективности работы массообменных аппаратов, а также создание на основе этих характеристик универсальной методики расчета эффективности сетчатых регулярных насадок ГИПХ отечественного производства, является одной из важнейших задач.

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.

Научной новизной работы является разработка усовершенствованной конструкции сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 с минимальным шагом гофрирования, определение ее гидродинамических и массообменных характеристик, а также разработка и экспериментальная проверка методики расчета определения высоты эквивалентной теоретической тарелке и гидравлического сопротивления колонных аппаратов, оснащенных насадкой новой модификации.

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.

Внедрение предложенных конструкций насадки ГИПХ-10 осуществлено в производства филиала АО «Центр эксплуатации объектов наземной космической инфраструктуры» – Научно-производственный центр обеспечения компонентами ракетных топлив (пгт. Дальнее Константиново Нижегородской области), АО «Салаватский химический завод» (г. Салават).

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.).

Глава 1. Обзор литературных данных по конструкциям контактных устройств массообменных процессов

1.1 Общие сведения о массообменных процессах

Диффузионные процессы, за счет которых осуществляются перенос распределенного вещества из одной фазы в другую, называют массообменными процессами. Перенос вещества происходит через разделяющую границу, а также внутри одной фазы в гетерогенном поле концентраций. Эти процессы применяются для разделения гомогенных и гетерогенных систем с целью концентрирования содержащихся веществ в фазах.

Массообменные процессы позволяют получить практически чистые вещества путем удаления примесей из загрязненных сред, помимо этого они способствуют отделению из этих сред значимых компонентов. Полученная после проведения этих процессов фаза является либо целевым полупродуктом, либо конечным продуктом.

Массообменные процессы могут происходить между такими фазами как: пар и жидкость, газ и твёрдое тело, жидкость и твёрдое тело, газ и жидкость, жидкость и жидкость (несмешивающиеся фазы).

Движущей силой массообмена является разность между рабочей и равновесной концентрациями распределяемого компонента.

Массообмен в системе, которая состоит из двух или более фаз и является замкнутой, происходит самостоятельно и проходит до тех пор, пока между фазами не установится фазовое равновесие при указанных значениях давления и температуры.

Правило фаз применительно к процессам массопередачи, внешними влияющими факторами которых являются давление и температура ($n = 2$), имеет вид [1]:

$$C = K - \Phi + 2 \quad (1.1)$$

где C – число степеней свободы (число факторов, которые можно изменять, не приводя к нарушению равновесия изолированной системы)

K – число независимых компонентов системы;

Φ – число фаз.

Неравновесные фазы образуются, когда скорость перенесенного распределяемого компонента из одной фазы в другую больше, чем скорость компонента перенесенного в обратном направлении. Скорости прямо и обратно перенесенного компонентов спустя некоторое время постепенно выравниваются. Когда концентрации перенесенного компонента в обеих фазах становятся равными, создается фазовое равновесие. При равновесии образуется зависимость между концентрациями распределяемого вещества в фазах, которая определяется через давление и температуру.

Массообмен – это диффузионный процесс. Диффузия в свою очередь бывает молекулярной и турбулентной (конвективной). Самым медленно проходящим процессом является процесс молекулярной диффузии. Молекулярная диффузия может происходить как в неподвижной, так и в движущихся средах. Конвективный перенос вещества осуществляется только в движущей среде.

Основное уравнение массопереноса по газовой фазе имеет вид [2]:

$$M = K_Y \Delta u_{cp} F \quad (1.2)$$

Основное уравнение массопереноса по жидкой фазе имеет вид [2]:

$$M = K_X \Delta x_{cp} F \quad (1.3)$$

где M – расход компонента, перенесенного из одной фазы в другую, кмоль/с;

K_Y – коэффициент массопередачи в газовой фазе, кмоль/(м²·с);

K_X – коэффициент массопередачи в жидкой фазе, кмоль/(м²·с);

Δu_{cp} и Δx_{cp} – средние движущие силы;

F – площадь поверхности массопередачи, м².

Количество распределяемого компонента между фазами за счет процесса диффузии приближается к поверхности раздела фаз за то же время и выражается уравнением [1,3,4]:

$$M = -D \frac{dC}{dx} F \quad (1.4)$$

D – коэффициент диффузии, м²/с;

$\frac{dc}{dx}$ – изменение концентрации на единицу пути диффундирующего вещества, м²/с;

Знак минус в формуле (1.4) показывает изменение концентрации распределенного вещества в меньшую сторону с повышением расстояния.

Массообменные процессы в химической промышленности подразделяют на следующие [1, 5]:

- адсорбция;
- абсорбция;
- десорбция;
- дистилляция;
- ректификация;
- кристаллизация;
- экстракция;
- сушка.

Адсорбция является процессом изменения концентрации вещества (жидкая или паровая фаза) в большую сторону на поверхности твёрдого тела. Твёрдое тело называется в процессе адсорбции адсорбентом, а жидкая или паровая фазы – адсорбтивом [6-9].

Абсорбция – это обратимый процесс поглощения паровой или газообразной фаз всем объёмом жидкого поглотителя. Поглощаемый газ или пар называют абсорбтивом, а жидкий поглотитель – абсорбентом. Если между абсорбтивом и абсорбентом не возникает никаких химических взаимодействий, то процесс абсорбции является физическим. При возникновении химической реакции между абсорбтивом и абсорбентом процесс абсорбции называется хемосорбцией [7,9,10].

Десорбцией называется процесс, применяемый для выделения абсорбтива (газа или пара) из жидкого поглотителя, с целью выделения абсорбента в чистом виде для повторного его применения в процессе абсорбции. Десорбция – это процесс обратный процессу абсорбции [6,7, 9].

Методы перегонки подразделяются на [1]:

- 1) дистилляцию или простую перегонку;
- 2) ректификацию.

Дистилляция (или простая перегонка жидкостей) – это процесс разделения жидкости, при котором за счет ее нагрева до температуры кипения, над смесью, подаваемой на разделение, образовывается пар, который впоследствии отводится и конденсируется. В результате дистилляции отбирается конденсат, который по компонентному содержанию отличается от состава начальной смеси, подаваемой на перегонку. Для того, чтобы разделить смесь на совершенно чистые компоненты, требуется много раз осуществлять процессы конденсации и испарения.

Простая перегонка или дистилляция получила свое применение при разделении смесей, представляющих собой легкокипящее вещество, которое содержит примеси нелетучих или труднолетучих компонентов.

Жидкости, составляющие первоначальную смесь для процесса дистилляции, должны иметь различную летучесть компонентов. Таким образом, компоненты исходной смеси имеют различную упругость паров при одинаковой температуре.

В перегонке применяют растворы, в которых растворенное вещество и растворитель имеют различную летучесть, в результате чего они переходят в паровую фазу в количествах, отвечающих их летучести. При разделении жидких смесей методом перегонки товарными (целевыми) продуктами или полупродуктами могут служить либо выделенный сверху колонны дистиллят или слитый снизу из куба колонны кубовый остаток.

Самым широко применяемым методом разделения жидких смесей на компоненты по температурам кипения является ректификация.

Ректификация – это метод разделения жидких смесей за счет многократного испарения жидкости и конденсации паров на компоненты, которые различаются по температурам кипения. Процесс ректификации осуществляется путем контакта поднимающихся вверх паров со стекающей им навстречу флегмой, образованной из-за частичной конденсации паров.

Ректификационные массообменные процессы реализовываются в противоточных колоннах. Суть процесса ректификации заключается в следующем. При многократном проведении процессов испарения и конденсации в ректификационной колонне получают пары, обогащенные низкокипящими компонентами (НКК) и жидкость, обогащенную высококипящими компонентами (ВКК), чем исходная смесь. Низкокипящие пары, поступают снизу вверх по всей высоте колонны, проходя через контактные устройства, и затем направляются в конденсатор. После того, как пар сконденсируется, образуется жидкость, которая, в свою очередь, разделяется на два потока, один из них является флегмой, которая идет на орошение обратно в колонну, а второй поток жидкости служит дистиллятом и, как правило, является готовым продуктом. Флегма, поступая в колонну, через распределители жидкости течет по контактному устройству вниз и нагревается встречными парами, поднимающимися вверх от кипятильника. Когда температура стекающей флегмы дойдет до температуры кипения НКК, то образующиеся в результате кипения пары, будут снова поступать вверх по колонне и направляться в дефлегматор. В свою очередь пары исходной смеси, поднимающиеся вверх из кубовой части колонны, отдав тепло низкокипящей жидкости, конденсируются и стекают вниз в виде кубового остатка, обогащенного ВКК. Таким образом, в колонном аппарате происходит разделение смеси на компоненты по температурам кипения.

Чистота получаемых в ходе ректификации компонентов смеси в дистилляте и кубовой жидкости зависит от поверхности фазового контакта, а точнее от того насколько она развита. Все это определяется аппаратным оформлением колонн и количеством орошаемой флегмы. Отношение

количества флегмы, возвращаемой в колонну на орошение насадки, к количеству отбираемого дистиллята называется флегмовым числом [7-13].

Процесс ректификации может осуществляться непрерывно и периодически.

При непрерывной ректификации необходимо, чтобы смесь, которая поступает в колонну на разделение, встречалась с потоком пара с концентрацией труднолетучего компонента в нем превышающем концентрацию этого компонента в исходной смеси. Колонные аппараты для непрерывно действующего протекания процесса ректификации состоят из двух частей: верхней части, которую называют укрепляющей, и нижней, которая получила название - исчерпывающая. В укрепляющей части, поднимающиеся от кипятильника вверх по колонне пары, обогащаются легколетучим компонентом, а труднолетучий компонент, который образуется в стекающей по колонне вниз жидкой фазе, накапливается в исчерпывающей части.

Периодическую ректификацию используют для тех процессов, когда применение непрерывно действующей ректификации нецелесообразно.

Суть процесса состоит в том, что концентрация легкокипящего компонента в исходной кубовой смеси в процессе кипения падает с течением времени. При работе колонны в режиме при постоянном флегмовом числе в отбираемом сверху колонны дистилляте с течением времени также уменьшается концентрация легкокипящего компонента. Таким образом, в отдельные емкости в виде дистиллята отбираются фракции, отличающиеся по своему составу.

Периодическая ректификация позволяет осуществлять процесс в одной колонне и применяется преимущественно для лабораторных процессов, когда количества смесей для разделения малы и необходимо время для отбора этих продуктов, а также в условиях неустойчивого и постоянно меняющегося в ходе процесса состава первоначальной смеси.

В куб-кипятильник периодической колонны заливают исходную смесь, затем доводят ее до кипения. Пар, образующийся в ходе кипения, поступает вверх по колонне и контактирует с жидкостью, стекающей ему навстречу из конденсатора. Из конденсатора отбирается часть жидкости (флегма), которая поступает обратно в колонну на орошение, и другая часть (дистиллят), которая отбирается в приемники в виде отдельных фракций. Процесс периодической ректификации считается завершенным при достижении заданного состава отбираемых фракций.

Периодическую ректификацию на практике проводят либо при неизменном составе дистиллята, либо при неизменном флегмовом числе.

Преимуществами непрерывной ректификации по сравнению с периодической являются: легкость в управлении и автоматизации процесса, так как режимные условия работы ректификационных колонн остаются неизменными в ходе процесса; отсутствие промежутков между стадиями проведения процесса, что является причиной увеличения производительности колонного оборудования; уменьшение энергопотребления [7, 8].

Кристаллизация — процесс превращения кристаллов из газообразных и жидких сред [1,7,9].

Экстракция представляет собой процесс полного или частичного извлечения компонента вещества из смеси раствора при помощи подходящего для извлечения этого компонента растворителя [9,10].

Процесс сушки осуществляется путем перехода влаги в парогазовую фазу с поверхности влажных материалов[1,9].

Массообменные процессы весьма разнообразны с точки зрения аппаратного оформления, однако, изучение конструкций аппаратов этих процессов ограничилось лишь аппаратами колонного типа, в связи с темой научного исследования.

1.2 Обзор конструкций колонных аппаратов для массообменных процессов

Массообменные аппараты колонного типа получили широкое применение в различных отраслях промышленности (химической, спиртовой, нефтегазовой и др.). Зачастую эти аппараты предназначены для процессов разделения и очистки химических продуктов.

Современные колонные массообменные аппараты можно классифицировать по виду контактных массообменных устройств на две группы: насадочные и тарельчатые [6,7,9-15].

Абсорберы насадочного типа представляют собой достаточно простые конструкции (рис.1.1) с точки зрения аппаратного оформления [6].

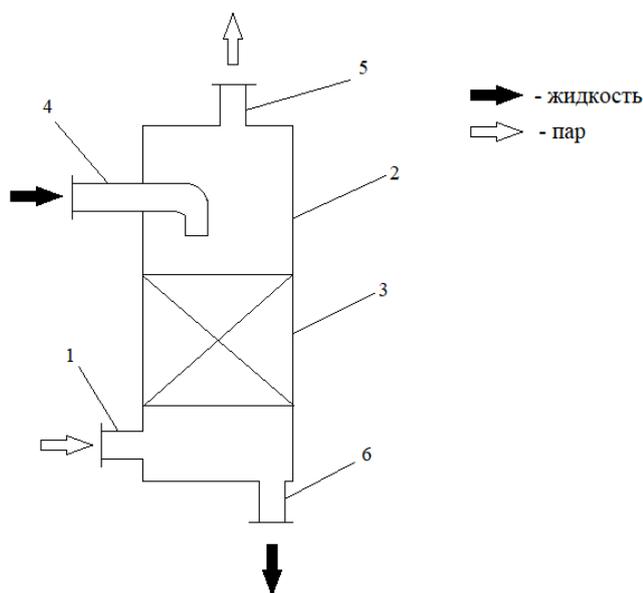


Рисунок 1.1 Схема насадочного абсорбера: 1 – штуцер для входа газа; 2 – корпус аппарата; 3 – насадочное контактное устройство; 4 – штуцер для входа абсорбента; 5 – штуцер для выхода очищенного газа; 6 – штуцер для выхода отработанного абсорбента.

Конструкции ректификационных аппаратов колонного типа намного сложнее конструкции абсорберов [7,9-12].

Корпус насадочной ректификационной колонны (рис. 1.2) имеет как цельносварное исполнение, так и исполнение в виде отдельных царг. Ректификационные колонны диаметром более 1200 мм и работающие в

условиях высокого давления, изготавливают цельносварными. Колонны диаметром до 1000 мм при давлении в них не более 1,6 МПа изготавливают царговыми. [4,10].

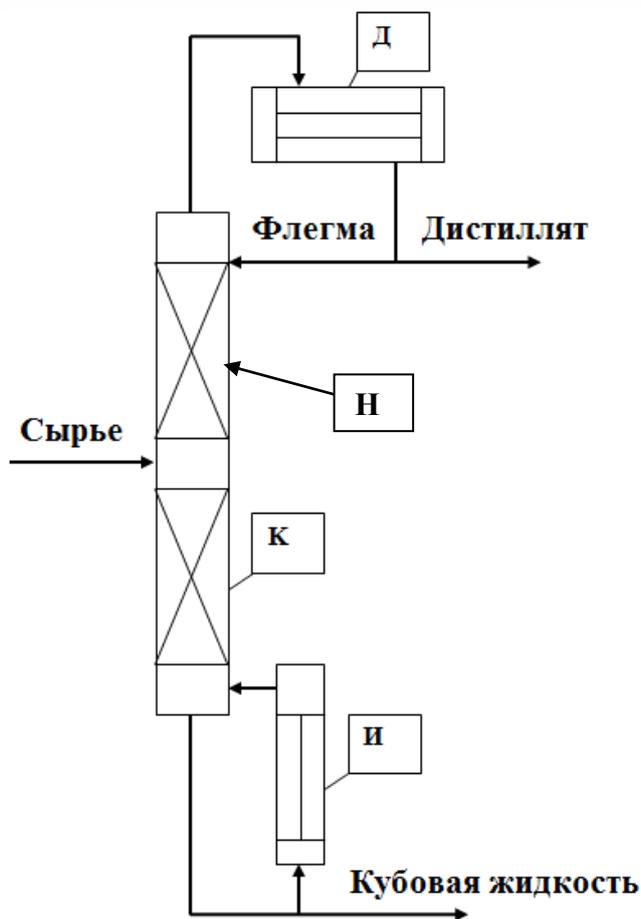


Рисунок 1.2 Схема насадочной ректификационной колонны: К – ректификационная колонна; И- испаритель; Д – дефлегматор, Н – насадочные контактные устройства.

Насадочные колонные аппараты крайне восприимчивы к неравномерности распределения жидкости по поверхности насадочного слоя, в связи с этим флегма для орошения насадки поступает в колонну через распределительное устройство. Насадочные массообменные устройства устанавливают по высоте колонны в несколько секций или слоев. Каждый слой насадки держится в колонне за счет приварных опорных решеток. При больших диаметрах колонн от 1,5 м до 4 м для установки насадки в корпус колонны в каждой секции обычно применяют люки. Существенно облегчает задачу монтаж насадки в колоннах диаметром до 1,5 в царговом исполнении,

за счет более удобной установки насадки в отдельные элементы колонн, т.е. царги. При больших паровых нагрузках и гидравлическом сопротивлении выше 350 Па на метр высоты слоя насадки на каждый слой насадки приваривают сдерживающую её решетку, чтобы не допустить самопроизвольного уноса насадки. Насадочная колонна работает в противоточном режиме, т.е. жидкая и газовая фазы движутся навстречу друг другу.

При течении жидкостной пленки на определенном расстоянии от распределительного устройства для подачи флегмы равномерность орошения по поверхности слоя насадки может сильно ухудшиться. В этом случае жидкость стекает по стенке корпуса колонны, а в центральной части насадочного массообменного устройства орошение отсутствует. Образуется так называемый «пристеночный эффект». С целью полного избавления от этого эффекта между слоями насадки устанавливают перераспределительные устройства, которые снова собирают и распределяют жидкость по сечению колонны [10,12].

Насадочные ректификационные аппараты обычно имеют диаметр не более 4000 мм. Для аппаратов большого диаметра сложно обеспечить высокую эффективность ввиду трудности поддержания равномерного распределения жидкости.

Тарельчатые ректификационные колонны также могут быть как цельносварными, так и в царговом исполнении. Колонны, состоящие из царг, оборудуют неразъемными тарелками. Они представляют собой приварные отбортованные диски, которые снабжены дополнительными устройствами (клапаны, колпачки, отверстия) для слива жидкой фазы и ввода паровой фазы на тарелку [9].

Колонные аппараты, предназначенные для проведения процессов экстракции, называют экстракторами. На рис. 1.3 схематично изображен тарельчатый колонный экстрактор с ситчатыми тарелками. В экстракционных колоннах сверху поступает тяжелая жидкая фаза, которая

под действием гравитационных сил перетекает с верхних тарельчатых контактных устройств на нижние. Снизу поступает легкая жидкая фаза, которая равномерно растекается в прорезях колпачков или в отверстиях ситчатых тарелок на большое количество капель, которые появляются через слой жидкости на тарелках [16].

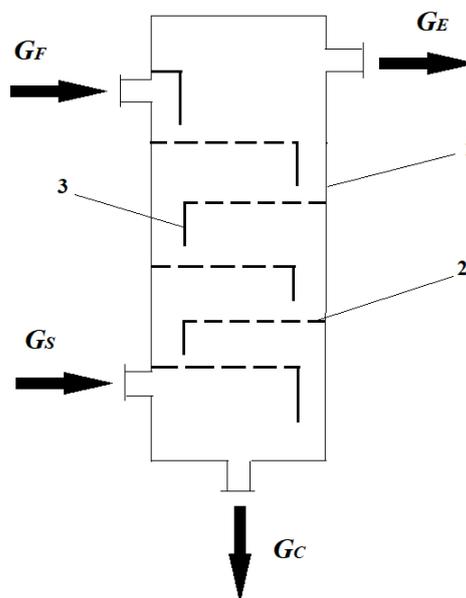


Рисунок 1.3 Колонный экстрактор с ситчатыми тарелками: 1 – корпус колонны; 2 – ситчатые тарелки; 3 – перегородки; G_F, G_S, G_E, G_C – потоки исходной смеси, экстрагента, рафината и экстракта чистого соответственно.

Насадочные экстракторы по конструкции аналогичны насадочным абсорберам [1,10].

Современные технологии и инновационные разработки в области массообменных процессов, таких как ректификация, абсорбция и экстракция, требуют повышения эффективности и надежности работы колонных аппаратов, что может быть обеспечено выбором оптимальной конструкции контактных массообменных устройств. Это не только способствует снижению затрат на производство, но и минимизирует негативное воздействие на окружающую среду, что делает тему особенно актуальной в условиях современного производства.

1.3 Классификация внутренних контактных устройств массообменных аппаратов

Как упоминалось выше, на данный момент в промышленности применяются два типа внутренних контактных устройств массообменных колонных аппаратов – это тарелки и насадки.

Основными требованиями, предъявляемыми к тарелкам, являются: высокий коэффициент полезного действия (КПД) тарелки и низкое гидравлическое сопротивление. Обычно КПД тарелок для вакуумных процессов составляет 30-40%, а для атмосферных – 60-80%. Гидравлическое сопротивление в вакуумных процессах составляет до 300 Па/м, а в атмосферных до 1300 Па/м. В настоящее время тарелки являются уже низкоэффективными и устаревшими контактными устройствами, и мало применяются в промышленности. Поэтому в последнее время широко распространена аппаратурно-технологическая оптимизация производственных предприятий на ряде отраслей промышленности, которая заключается в оптимизации размеров и режима работы колонн при использовании современных высокоэффективных насадочных контактных устройств, взамен устаревших тарелок [5-7, 17].

Насадочные колонны для проведения газожидкостных массообменных процессов являются широко распространенным типом аппаратов. Применение насадочных колонн имеет большое значение для процессов вакуумной ректификации, где одним из важных условий проведения процесса является незначительный перепад давления по высоте слоя насадки при высокой эффективности контакта фаз.

Насадочные контактные устройства подразделяются на регулярные и нерегулярные (насыпные) насадки.

Основными геометрическими характеристиками насадочных контактных устройств являются: удельная поверхность, порозность (доля свободного объема) и линейный размер, который напрямую зависит от формы насадки.

Удельная поверхность насадки (a_p) – это геометрическая поверхность насадки в 1 м^3 , которая имеет размерность $\text{м}^2/\text{м}^3$. Чем больше значение удельной поверхности насадочных массообменных устройств, тем выше эффективность насадочной колонны, но больше значение гидравлического сопротивления и меньше производительность.

Порозность (ε) равна отношению свободного объема слоя не занятого насадочными телами ($V_{\text{св}}$) ко всему объему слоя ($V_{\text{сл}}$) или объему пустот между насадочными телами в 1 м^3 слоя. Она имеет размерность $\text{м}^3/\text{м}^3$:

$$\varepsilon = \frac{V_{\text{св}}}{V_{\text{сл}}} \quad (1.5)$$

Доля свободного объема численно равна доле свободного сечения насадки. Также порозность можно определить с помощью экспериментальных методов, таких как погружение насадочных элементов в воду и взвешивание насадочных устройств, которые помещены в колонну известного объема.

Линейный размер является индивидуальной характеристикой той или иной конструкции насадки. Для колец Рашига, Палля, Лессинга, Ралу, Белецкого, а также миниколец такой характеристикой является диаметр. Для седел Хифлоу, Инталокс, СуперИнталокс и Берля линейный размер равен одной третьей части совокупности основных размеров насадки (длины, ширины и высоты).

Для структурированных или так называемых регулярных массообменных устройств линейный размер также, как и для седлообразных насадок вычисляется по сочетанию ряда размеров. Регулярные насадки представляют собой вертикально расположенные гофрированные листы. Они имеют различные геометрические параметры: высота гофр, шаг между гофрами, шаг между листами насадки и угол наклона.

Основными показателями работы массообменных насадочных аппаратов являются технологические показатели. К ним относятся высота

эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ) и высота эквивалентная единице переноса (ВЕП).

ВЭТТ – это геометрическая высота теоретической тарелки идеальной системы в состоянии термодинамического равновесия.

ВЕП – это высота одной единицы переноса, которая отвечает участку колонны, для которой изменение рабочей концентрации легкой фазы приравнивается к средней движущей силе на этом участке.

Данные показатели являются главными характеристиками определения эффективности насадочного колонного аппарата. ВЕП и ВЭТТ для различных типов насадок определяются экспериментальным способом или путем ранее выведенных на основе опытных данных зависимостей [17, 18].

Гидродинамические и массообменные характеристики насадок на основе которых производится оценка достоинств той или иной конструкции, принято определять величиной гидравлического сопротивления и числом теоретических тарелок в одном метре насадочной части в зависимости от нагрузки. Гидравлическое сопротивление насадки характеризует перепад давления в одном метре насадочной части ($\Delta P/H_n$) или одной теоретической тарелки ($\Delta P/n_T$). В качестве нагрузочной характеристики используется величина фактора нагрузки, вычисленного из соотношения [19,20, 21]:

$$F = W_G \sqrt{\rho_G} \quad (1.6)$$

где W_G – скорость пара, м/с;

ρ_2 - плотность пара, кг/м³.

Нагрузочный фактор показывает гидродинамические условия работы колонного аппарата. Величиной фактора нагрузки оценивается производительность массообменных колонн.

Нерегулярные (насыпные) насадки подразделяются в зависимости от конструкции на множество разных видов.

Главным структурным элементом нерегулярных насадок являются цилиндрические кольца (рис. 1.4 а,б,в). Для промышленных колонных

аппаратов диаметр колец обычно равен от 25 до 150 мм. Самой известной кольцевой насадкой являются кольца Рашига. Характерной чертой этих насадок считается то, что диаметр колец Рашига равен их высоте. Толщина стенок колец зависит от применяемого для их изготовления материала (металл, пластмасса, фарфор, керамика и др).



Рисунок 1.4 Кольца Рашига: а – керамические; б – металлические; в – пластмассовые; г – с одной перегородкой; д – с крестообразной перегородкой; е - со сквозными отверстиями; ж – с развилинами внутри кольца.

У насадки кольца Рашига есть ряд существенных недостатков. Среди них низкие гидродинамические и массообменные характеристики. Серьезными недостатками колец Рашига является то, что их внутренняя поверхность насадки недостаточно хорошо смачивается жидкостью, а также происходит значительное перераспределение жидкости к стенкам аппарата по мере перемещения в слое насадки независимо от характера ее распределения[17,22-24].

С целью повысить эффективность работы колец Рашига, начали создавать кольца с внутренними перегородками, в результате этого появились кольца с одной перегородкой, так называемые кольца Лессинга (рис. 1.4 г) и с крестообразной перегородкой (рис. 1.4 д). Позднее кольца

стали изготавливать пологими из керамики со сквозными отверстиями (рис. 1.4 е) и несколькими развилинами внутри кольца (рис. 1.4 ж).

Совершенствование кольцевых насадок шло по пути создания поверхности внутри кольца, что позволяет увеличить поверхность насадки, улучшить омываемость поверхности элемента и снизить гидравлическое сопротивление. С этой целью была придумана конструкция насадки кольца Палля (рис. 1.5). Аналогично кольцам Рашига эта насадка имеет высоту равную ее диаметру. Их изготавливают из прямоугольно перфорированных листов, с отогнутыми к центру кольца лепестками, которые возникают в результате перфорации.



Рисунок 1.5 Кольца Палля: а – металлические; б – пластмассовые; в – керамические.

Позднее были придуманы видоизмененные вариации насадки кольца Палля – кольца Ралу, Белецкого и Хифлоу и др. (рис. 1.6), но они тоже не смогли существенно повысить эффективность кольцевых насадок.

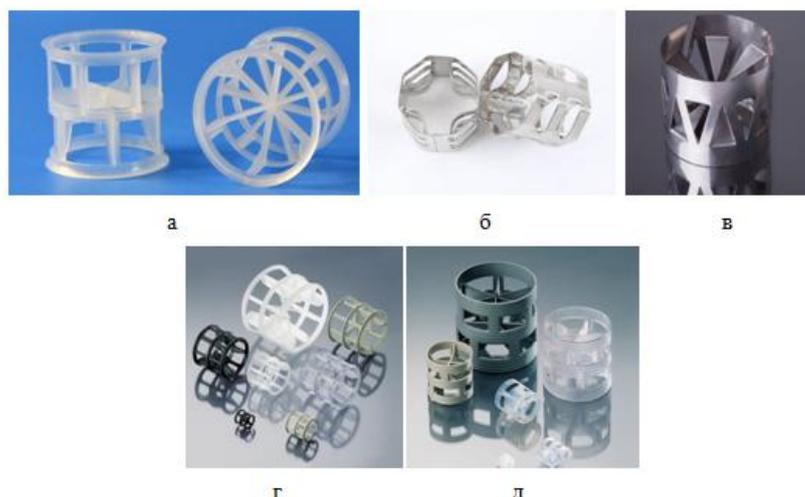


Рисунок 1.6 Кольцевые насадки: а - Кольца Ралу; б – VSP Ring; в - кольца Белецкого; г – кольца Hiflow; д - кольца Raflux.

Следующей разновидностью насыпных насадок являются миникольца (рис. 1.7). Эти насадки имеют форму цилиндра, высота которого меньше диаметра. За счет небольших размеров, в сравнении с кольцевыми насадками, у миникольца возникает высокая степень смачивания их поверхности жидкостью, что способствует их немного большей эффективности в сравнении с кольцевыми насадками.



Рисунок 1.7 Миникольца: а – Cascade Mini Ring; б – β -ETA RING; в – Top Pak; г – NT-1; д - насадка Теллера.

К насыпным насадкам также относятся седлообразные насадки (рис. 1.8, 1.9, 1.10). Изначально были созданы конструкции седел Инталокс и Берля из керамических материалов; в свое время керамические сёдла находили себе довольно широкое использование наряду с керамическими кольцами Рашига. Особенно в агрессивных средах. Для чего изготавливались из коррозионно-стойких керамик. У седлообразных насадок за счет их конструктивных параметров смачивание поверхности происходит намного лучше, чем у кольцевых, что говорит о преимуществе их по эффективности. Однако, повышенный перепад давления в колонных аппаратах, оснащенных такой насадкой, и низкие нагрузки по пару являются основными недостатками данного типа насадки [17, 22, 23].

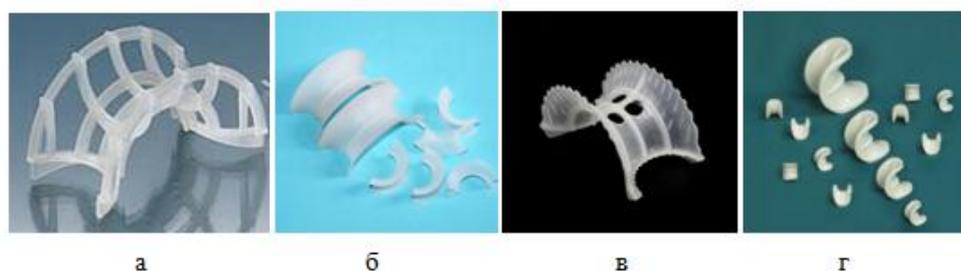


Рисунок 1.8 Седлообразные полимерные насадки: а – Хифлоу; б – Инталокс; в – СуперИнталокс, г – седла Берля.



Рисунок 1.9 Седлообразные керамические насадки: а – Инталокс; б – СуперИнталокс; в – Перфорированное седло Инталокс

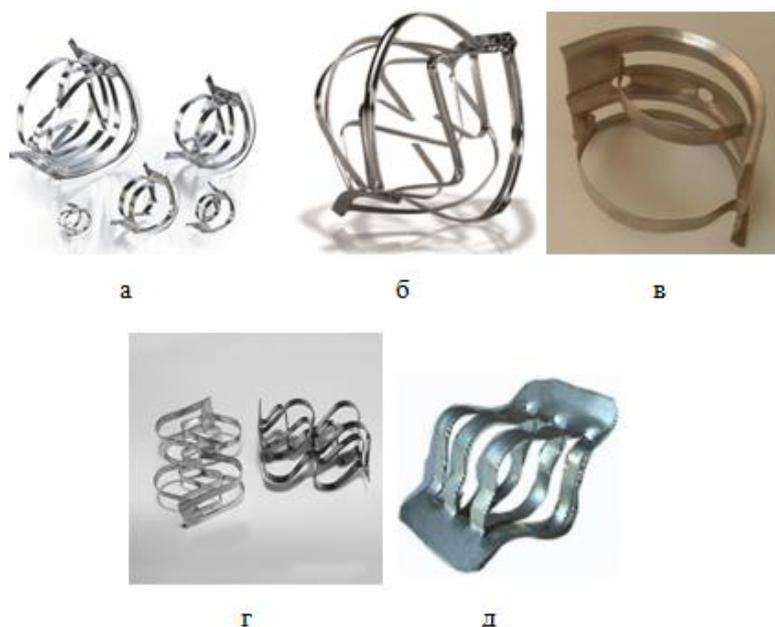


Рисунок 1.10 Седлообразные металлические насадки: а – насадка I-Rings; б – насадка Инталокс Ультра; в – насадка Nutter Rings; г –насадка Raschig Super Ring; д - насадка «Инжехим».

Широкое распространение получили спирально-призматические насадки (рис.1.11), так как они являются самыми эффективными среди всех насыпных насадок.



Рисунок 1.11 Спирально-призматические насадки: а – спираль Фенске; б – насадка Селиваненко; в – насадка Левина

Нерегулярная спирально-призматическая насадка Левина с размером элементов от 1,5–2 мм до 5–6 мм является «высокоэффективной» за счет развитой гидрофильной поверхности насадочных контактных элементов и удерживающей способности насыпного слоя.

Недостатком насадки Левина считается невозможность ее применения в промышленных масштабах, т.к. для равномерного распределения жидкости и пара в колонне потребуется большое количество перераспределительных устройств [26, 25]. Также гидравлическое сопротивление спирально-призматической насадки на порядок выше, чем у регулярных насадок [27].

Из литературных данных [17-20, 22-24, 28-30] известно, что наиболее эффективными для проведения массообменных процессов, являются регулярные насадки. Регулярные насадки (рис.1.12) представляют собой систему параллельных каналов постоянной формы и сечения по высоте, одинаковой формы по поперечному сечению насадочного слоя. Они изготавливаются из металлических, керамических и полимерных материалов и имеют много преимуществ по сравнению с насыпными: отсутствуют застойные зоны жидкости, которые не участвуют в процессе массообмена. Наличие каналов правильной формы способствует небольшому гидравлическому сопротивлению в расчете на единицу высоты насадочного слоя и высокой пропускной способности. Увеличенная, по сравнению с нерегулярными насадками, поверхность контакта фаз приводит к повышению эффективности межфазного массообмена. Материалы, из

которых изготавливаются составляющие регулярных насадок, довольно разнообразны.

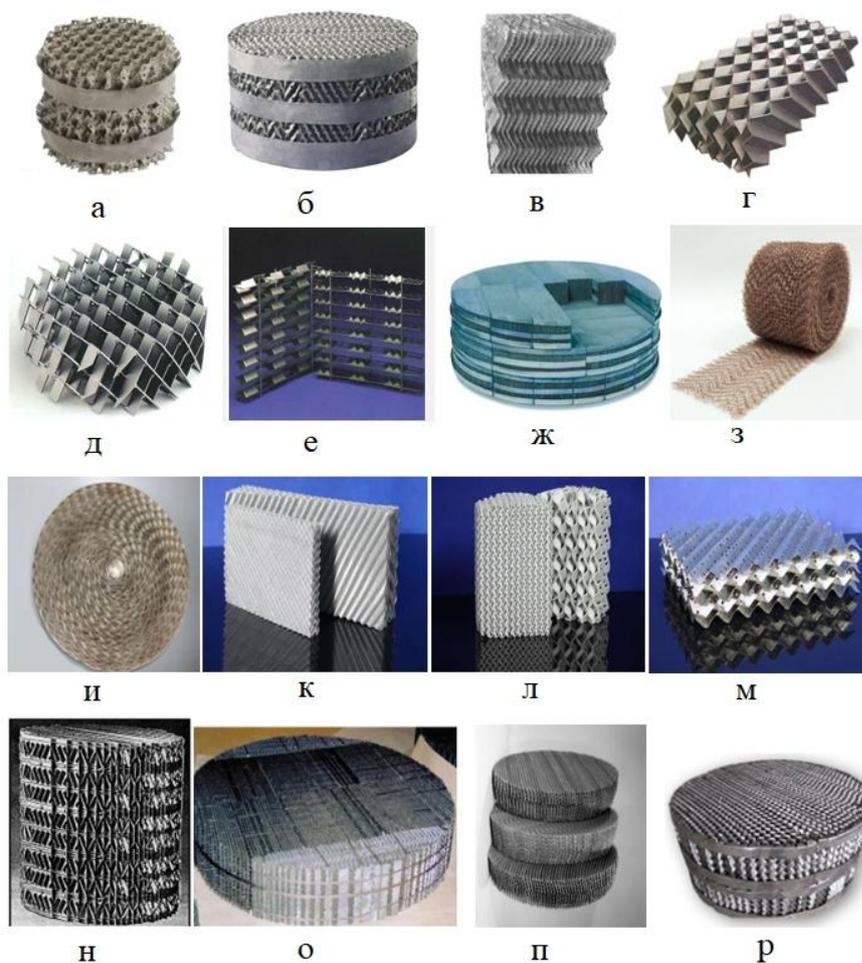


Рисунок 1.12 Регулярные насадки: а – металлическая насадка Mellapak (Sulzer); б – металлическая сетчатая насадка типа ВХ (Sulzer); в – сетчатая насадка Вакупак; г – насадка FLEXIPACS (Koch-Glitsch); д – элемент регулярной насадки KFBE (Koch-Glitsch); е – насадка FLEXIGRID (Koch-Glitsch); ж – сетчатая насадка Montz-Pak; з – проволочная насадка Панченкова; и – рулонная сетчатая насадка «Инжехим»; к –сетчатая насадка Sepak-G (Zehua); л – керамическая насадка насадка Sepak-C (Zehua); м – гофрированная металлическая насадка Sepak (Zehua); н – металлическая насадка Ралу-Пак; о – насадка «Кедр»; п – сетчатая насадка ГИПХ; р – насадка Пропак.

Рассмотрим преимущества и недостатки различных материалов, используемых для производства регулярных насадок в колонных аппаратах.

Полимерные насадки, устойчивые в щелочной среде до pH 12, обладают высокой пропускной способностью и низким гидравлическим сопротивлением благодаря большому живому сечению такой насадки в сравнении с насадками из керамических материалов. Примерами полимерных материалов служат PP, PVC-C, PVDF, ПВХ и фторопласт. Однако, их применение ограничено из-за низкой термоустойчивости: полиэтилен сохраняет прочность при температуре до 50 °С, а полипропилен - до 80 °С, таким образом, их применение возможно только в кислотных средах, не превышающих эти температурные условия. Кроме того, слабая смачиваемость большинством жидкостей поверхности полимерной насадки ухудшает распределение жидкости по ее поверхности, за счет чего уменьшается эффективная поверхность насадки в процессе массообмена [31].

Керамические насадки, в сравнении с полимерными и металлическими, обладают большей толщиной стенки, что приводит к уменьшению их пропускной способности и увеличению гидравлического сопротивления. Их значительный вес требует усиления опорных конструкций, увеличивая металлоемкость и стоимость оборудования. Хрупкость керамических насадок делает их уязвимыми к повреждению при транспортировке, загрузке в колонный аппарат и резких перепадах температур и давлений. Несмотря на свои недостатки, современные композитные керамические материалы с модифицированной поверхностью продолжают оставаться нужными и востребованными в фармацевтике и на коррозионноактивных производствах [17].

На настоящий момент в промышленности наиболее распространены металлические регулярные насадки [17, 21]. Они изготавливаются из углеродистых и нержавеющей сталей, и получили большое свое применение в химических, нефтехимических, нефтегазоперерабатывающих и др. производствах. В производстве некоторых кислот (серной, соляной и фосфорной) могут применяться регулярные насадки, изготовленные из

молибденистых сталей, а при производстве высококонцентрированных взрывоопасных соединений (перекись водорода) - алюминиевые насадки.

Высокое критическое поверхностное натяжение смачивания металлических материалов (85-110 мН/м) способствует образованию тонких пленок жидкой фазы и интенсификации процесса массообмена [32].

В последнее время популярность набирают регулярные насадки, изготовленные из металлической сетки, так как они обладают большой эффективной поверхностью массообмена и лучшими гидродинамическими показателями по сравнению с монолитными листовыми насадками.

Применение металлических насадок, в том числе из сетчатых материалов, особенно эффективно при ректификации термолабильных продуктов, вакуумной ректификации, создании энергосберегающих технологий с колоннами со связанными тепловыми потоками и в процессах с реакциями в зоне ректификации.

Наиболее востребованными производителями металлических регулярных насадок являются зарубежные фирмы Sulzer, Kohg-Glitsch, Montz Pak и отечественные – ГИПХ, Инжехим, Кедр, Панченкова и другие.

Регулярная насадка из гофрированной сетки применяется преимущественно для процессов ректификации, проводимых в условиях вакуума. За последние годы созданы новые виды высокоэффективных регулярных насадок, работающих при расходах $L < 180 \text{ м}^3/(\text{м}^2\text{ч})$ [17]. Эти насадки позволяют поддерживать сравнительно небольшой перепад давления в колонне в диапазоне от 50 до 160 Па на 1 м высоты насадочного слоя, а величина ВЭТТ для таких насадок при этом составляет от 0,1 до 0,2 м. Образцами таких насадок являются насадки производителя Sulzer марки ВХ выполненные из гофрированной металлической сетки, сетчатые рулонные насадки Панченкова, насадки ГИПХ изготовленные из специально профилированной металлической сетки полотняного плетения, а также листовые насадки Ralu-Pak, составленные ярусами наклонных листов с прорезями.

При проведении процесса ректификации в условиях вакуума в парожидкостной системе используют исключительно регулярную насадку, так как перепад давления на 1 м высоты ее значительно меньше, чем у насыпной, которую следует применять только в процессах под давлением и в условиях неглубокого вакуума. Регулярную насадку также преимущественно применяют при очистке продуктов, время пребывания которых в колонне ограничено, ввиду их способности к разложению [23].

Литературный обзор ряда конструкций массообменных устройств [17-30] показал, что наименее эффективными контактными устройствами являются тарелки, а также кольцевые, миникольцевые и седлообразные насыпные насадки, а наиболее эффективными контактными устройствами для проведения массообменных процессов большинства продуктов химической технологии в промышленных масштабах служат регулярные насадки.

1.4 Гидродинамические и массообменные характеристики насадочных контактных устройств

Гидродинамические и массообменные характеристики насадок оцениваются величиной перепада давления насадки (гидравлического сопротивления) и высотой эквивалентной теоретической тарелке (ВЭТТ). Низкие значения ВЭТТ могут служить индикатором не только высокой производительности насадок, но и их устойчивости к различным эксплуатационным условиям, что делает их особенно ценными в ряде отраслей промышленности.

Для насадочной колонны высота эквивалентная теоретической тарелке есть отношение полной высоты слоя насадки (H , м) к числу теоретических тарелок (n) на этой высоте [17]:

$$ВЭТТ = \frac{H}{n} \quad (1.7)$$

Гидравлическое сопротивление насадки определяет затраты на энергетику колонного аппарата при прохождении газа или пара через слой насадки. Чем меньше величина гидравлического сопротивления, тем меньше потребуется электроэнергии на прохождение газа (пара) через колонну.

Перепад давления сухой насадки [2]:

$$\Delta p_c = \lambda \frac{H}{d_э} \cdot \frac{w_r^2 \rho}{2} \quad (1.8)$$

где λ – коэффициент сопротивления при прохождении пара через слой насадки;

$d_э$ – эквивалентный диаметр, м;

H – высота слоя насадки, м;

w_r – действительная скорость пара в свободном сечении насадки, м/с;

ρ – плотность пара, кг/м³.

Эквивалентный диаметр равен:

$$d_э = \frac{4V_{CB}}{a} \quad (1.9)$$

где V_{CB} – объем насадки, м³/м³;

a – удельная поверхность насадки $\text{м}^2/\text{м}^3$.

Действительная скорость газа w_{Γ} связана прямой зависимостью с фиктивной скоростью w :

$$w_{\Gamma} = \frac{w}{V_{\text{CB}}} \quad (1.10)$$

Сопротивление орошаемой насыпной насадки (при плотности орошения менее $50 \text{ м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$) приближенно можно найти по формуле [5]:

$$\Delta p_{\text{ор}} = \Delta p_{\text{сух}} \cdot (1 + k\Gamma) \quad (1.11)$$

где Γ – плотность орошения, $\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{ч})$;

k – опытный коэффициент (для беспорядочно засыпанных насадок $k = 0,06$, м; для правильно уложенных насыпных насадок $k = 0,04$).

Расчет гидравлического сопротивления орошаемых регулярных насадок сопровождается введением дополнительных эмпирических коэффициентов с учетом той или иной конструкции насадки.

Величины перепада давления на 1 м высоты насадочного слоя и ВЭТТ, полученные опытным путем, ряда ранее перечисленных конструкций насадочных контактных устройств приведены в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Тип насадки	ВЭТТ, м	Перепад давление на 1 м высоты насадочного слоя, Па/м
1	2	3
Кольца Рашига размерами 25×25×3; 35×35×4; 50×50×5; (нержавеющая сталь, керамика)	0,2÷0,6 [33]	25÷3000 [34]
Седла Инталлокс размерами 25 мм, 50 мм (керамика)	0,3÷0,4 [33]	25÷3500 [33]
Насадка «Инжехим 2000» размером от 12 до 60 мм (нержавеющая сталь)	0,15÷1,5 [35]	20÷1000 [35]
Кольца Палля размерами 15×15×0,5; 25×25×0,6; 50×50×1,0 (нержавеющая сталь)	0,18 - 0,38 [17,33]	20÷1600 [36]
Спирально-призматическая насадка Левина размером элемента от 1,5 до 4 мм (нержавеющая сталь)	0,0096÷0,022 [37]	200÷3500 [37]
SULZER типа ВХ сетчатая (нержавеющая сталь)	0,12÷0,4 [20,21]	30÷180 [20,21]

Продолжение таблицы 1.1.

1	2	3
SULZER Mellapak листовая (нержавеющая сталь)	0,35÷0,7 [20,38]	45-150 [20,39]
FLEXIPACS (Koch-Glitsch) листовая (нержавеющая сталь)	0,5÷0,67 [20, 40, 41]	50-100 [20, 40, 41]
Montz-Pack B1-350M сетчатая (нержавеющая сталь)	0,25÷0,3 [41]	30÷320 [42]
Волнистая насадка сетчатая (нержавеющая сталь)	0,12÷0,15 [20]	75÷170 [20]
Рулонная насадка «Инжехим» сетчатая (нержавеющая сталь)	0,43÷0,6 [43]	10-120 [43]

Гидродинамические и массообменные характеристики насадок существенно зависят от режима испытаний. Однако многие конструкции регулярных насадок исследовались в несопоставимых условиях: в различных по классификации процессах, с использованием разных модельных систем и при неодинаковом рабочем давлении. В связи с этим трудно утверждать, что установленные значения ВЭТТ и перепада давления на 1 м высоты для большинства перечисленных насадок корректно сравнивать. Поэтому в настоящей работе при оценке достоинств нерегулярных насадок применительно к процессам атмосферной ректификации и регулярных насадок применительно к процессам атмосферной ректификации и вакуумной в области давлений (до 6,67 кПа) более предпочтительными считались результаты таких исследований, режимные параметры которых соответствовали указанным условиям.

1.5 Модели и методики для расчета массообменных и гидравлических характеристик регулярных контактных устройств

Для расчета гидродинамических и массообменных характеристик сетчатых и листовых регулярных насадок известны два поколения моделей [44-48].

В 1985 году Д. Л. Браво и др. опубликовали соотношения для расчета регулярных насадок [45]. Примером послужили металлические регулярные насадки из листовых материалов (Sulzer Mellapak, Flexipac, Intalox, Махпак и др.) и проволочно-тканной сетки (Sulzer типа ВХ, Montz-Pak). Метод моделирования и расчета основан на предположении, что эффективная площадь поверхности регулярной насадки a_e равна удельной поверхности насадки a_p . Авторами разработана модель первого поколения Separations Research Program I (SRP I), которая включает в себя расчет эффективности и перепада давления для металлических регулярных насадок. Ниже представлены основные уравнения.

Число Шервуда для паровой фазы равно:

$$Sh_G = 0,0338 Re_G^{0,8} \cdot Sc_G^{0,333} \quad (1.12)$$

Число Шервуда можно определить также исходя из соотношения:

$$Sh_G = \frac{k_G \cdot d_{eq}}{D_G} \quad (1.13)$$

D_G – коэффициент диффузии в паровой фазе, м²/с.

Эквивалентный диаметр канала насадки, м:

$$d_{eq} = T_g \cdot h_g \cdot \left[1 / (T_g + 2S_g) + 1 / 2S_g \right] \quad (1.14)$$

где S_g – боковая сторона канала регулярной насадки, м;

h_g – высота гофра, м;

T_g – шаг гофрирования, м.

Число Шмидта для паровой фазы:

$$Sc_G = \frac{v_G}{D_G} \quad (1.15)$$

ν_G – кинематическая вязкость паровой фазы, м²/с.

Число Рейнольдса паровой фазы определяется следующим образом:

$$Re_G = \frac{d_{eq} \cdot \rho_G \cdot (U_{Ge} + U_{Le})}{\mu_G} \quad (1.16)$$

μ_G – вязкость паровой фазы, кг/(м·с);

ρ_G – плотность паровой фазы, кг/м³.

Эффективная скорость пара, м/с:

$$U_{Ge} = \frac{U_{Gs}}{\varepsilon \cdot \sin\theta} \quad (1.17)$$

Эффективная скорость жидкости, м/с:

$$U_{Le} = \frac{3\Gamma}{2\rho_L} \cdot \left(\frac{(\rho_L)^2 \cdot g}{3 \cdot \mu_L \cdot \Gamma} \right)^{1/3} \quad (1.18)$$

где g – ускорение свободного падения, м²/с;

μ_L – вязкость жидкой фазы, Па·с;

ρ_L – плотность жидкой фазы, кг/м³;

Линейная плотность орошения, кг/(с·м):

$$\Gamma = \frac{U_{Ls} \cdot \rho_L}{P} \quad (1.19)$$

Периметр на единицу площади поперечного сечения, м:

$$P = (4S_g + T_g)/(T_g \cdot h_g) \quad (1.20)$$

Модель SRP I используется для прогнозирования коэффициентов массопереноса жидкой фазы, при этом время воздействия принимается за время, необходимое для протекания жидкости между гофрами (расстояние, равное стороне канала), с:

$$t_L = \frac{S_g}{U_{Le}} \quad (1.21)$$

Коэффициент массоотдачи жидкой фазы:

$$k_L = 2 \cdot \sqrt{\frac{D_L}{\pi \cdot t_L}} \quad (1.22)$$

D_L – коэффициент диффузии в жидкой фазе, м²/с.

В рамках выше рассматриваемой модели вычислили перепад давления на основе эмпирической корреляции с одним установленным параметром, называемым C_3 [46].

Перепад давления на высоту насадки составляет:

$$\frac{\Delta P}{\Delta Z} = (0,171 + 92,7/Re_G) \cdot (\rho_G \cdot U_{Ge}^2 / d_{eq}) \cdot \left(\frac{1}{1 - C_3 \cdot \sqrt{Fr_L}} \right)^5 \quad (1.23)$$

Число Рейнольдса для паровой фазы:

$$Re_G = \frac{d_{eq} \cdot \rho_G \cdot U_{Ge}}{\mu_G} \quad (1.24)$$

Критерий Фруда для жидкой фазы:

$$Fr_L = \frac{U_{Ls}^2}{d_{eq} \cdot g} \quad (1.25)$$

При работе ректификационных колонн любого типа внутренние гидравлические и массообменные процессы происходят одновременно. Это учтено в модели второго поколения SRP II.

Д. Л. Браво и др. вели работу по разработке расчетных уравнений, которые позволяют проектировать ректификационные колонны, заполненные как листовыми (Sulzer Mellapak, Flexipac), так и сетчатыми (Sulzer типа BX, Montz-Pak) регулярными насадками косоугольной конструкции. В конце 80-х – начале 90-х годов была создана усовершенствованная модель SRP II. Её особенность – комплексный подход, учитывающий как перенос массы, так и изменение давления. Ключевым элементом этой модели стал коэффициент задержки жидкости. Результаты работы, включая математическое описание, были представлены научной общественности в 1992 году.

В основе модели лежит предположение о том, что коэффициент задержки жидкости играет определяющую роль в процессах, происходящих в системе. Что касается переноса массы, то увеличение задержки жидкости приводит к увеличению площади контакта между фазами, а это способствует

более эффективному переносу массы, то есть повышению скорости этого процесса и, как следствие, снижению высоты, эквивалентной теоретической тарелке (ВЭТТ). Далее будут представлены основные уравнения, описывающие данную модель.

Высота эквивалентная теоретической тарелке:

$$\text{ВЭТТ} = \text{ВЭП} \left[\frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \right] = [H_G + \lambda H_L] \left[\frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \right] = \left[\frac{U_{Gs}}{k_G a_e} + \lambda \frac{U_{Ls}}{k_L a_e} \right] \left[\frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \right] \quad (1.26)$$

где ВЭП – высота насадочной ректификационной колонны, соответствующая одной единице переноса массы, м;

λ – фактор процесса массопередачи, отношение тангенсов углов наклона равновесной и рабочей линий;

H_G – высота насадочной ректификационной колонны, соответствующая одной единице переноса массы для паровой фазы, м;

H_L – высота насадочной ректификационной колонны, соответствующая одной единице переноса массы для жидкой фазы, м;

U_{Gs} – средняя скорость пара в расчете на полное сечение колонны, м/с;

U_{Ls} – средняя скорость жидкости в расчете на полное сечение колонны, м/с;

a_e – эффективная поверхность насадки, м²/м³;

Для металлической сетки коэффициент смачивания насадки: $a_e/a_p = 0,65$

где a_p – удельная поверхность насадки, м²/м³.

Коэффициент массоотдачи газовой фазы м/с:

$$k_G = 0,054 \left(\frac{D_G}{S_g} \right) \left(\frac{(U_r) \rho_G S_g}{\mu_G} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu_G}{D_G \rho_G} \right)^{0,33} \quad (1.27)$$

где S_g – боковая сторона канала регулярной насадки, м;

$U_r = U_{Ge} + U_{Le}$ – относительная скорость газа по отношению к жидкости, учитывающая определение объема, занимаемого жидкостью, м/с.

μ_G – вязкость паровой фазы, кг/(м·с);

ρ_G – плотность паровой фазы, кг/м³.

Коэффициент массоотдачи жидкой фазы м/с:

$$k_L = 2 \sqrt{\frac{D_L U_{Le}}{\pi S_g}} \quad (1.28)$$

Эффективная скорость жидкости, м/с:

$$U_{Le} = \frac{U_{Ls}}{\varepsilon h_L \sin \theta} \quad (1.29)$$

где ε - доля свободного объема, м³/м³;

θ - угол движения потока в элементах насадки (относительного горизонтали), град.

Эффективная скорость газа, м/с:

$$U_{Ge} = \frac{U_{Gs}}{\varepsilon(1 - h_L) \sin \theta} \quad (1.30)$$

Задержка жидкости. Предполагается, что жидкость течет в виде пленки по поверхности регулярной насадки. Задержку жидкости можно определить через величину толщины пленки с помощью уравнения (1.31) при условии, что жидкостной пленкой покрыта вся поверхность насадки, и слой взвешенной жидкости отсутствует.

$$h_L = 4(\delta/S_g) \quad (1.31)$$

где δ толщина пленки жидкости, м.

Полная задержка жидкости для регулярной насадки включает статическую и рабочую составляющие:

$$h_L = h_{\text{стат}} + h_{\text{раб}} = \frac{4F_s \cdot \delta_{\text{стат}}}{S_g} + \frac{4F_o \cdot \delta_{\text{раб}}}{S_g} \quad (1.32)$$

где $h_{\text{стат}}$ - статическая задержка жидкости;

$h_{\text{раб}}$ - рабочая задержка жидкости;

$\delta_{\text{стат}}$ - толщина пленки при статической задержке жидкости, м;

F_s - коэффициент корреляции, который показывает, что вся поверхность регулярной насадки не является смоченной, когда происходит только статическая задержка;

F_o - коэффициент корреляции, который является поправкой при наличии потока жидкости.

При рабочей задержке жидкости толщина пленки равна, м:

$$\delta_{раб} = \left[3\mu_L \frac{U_{LS}}{\rho_L \cdot \varepsilon \cdot h_L \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_G}{\rho_L} - K_1 (\Delta P / \Delta Z)_{new} \left(\frac{1}{\rho_L \cdot g} \right) \right) \sin\theta} \right]^{0,5} \quad (1.33)$$

где g – ускорение свободного падения, м/с²;

μ_L – вязкость жидкой фазы, Па·с;

ρ_L – плотность жидкой фазы, кг/м³.

$$K_1 = \frac{(\rho_L - \rho_G)g}{(\Delta P / \Delta Z)_{flood}} \quad (1.34)$$

$(\Delta P / \Delta Z)_{flood}$ – перепад давления на 1 метр высоты насадки при захлебывании колонны, Па/м

При инженерных вычислениях величиной статической задержки жидкости обычно пренебрегают. Таким образом, уравнение (1.32), принимает следующий вид:

$$h_L = \frac{4F_t \cdot \delta_{раб}}{S_g} \quad (1.35)$$

где F_t – поправочный коэффициент корреляции для полной задержки с точки зрения доступной площади поверхности раздела фаз.

Уравнение (1.35), очевидно, недействительно при нулевом расходе жидкости.

Значения коэффициента F_t , основанные на уравнениях, представленных в работе [49], с допустимой погрешностью соответствовали экспериментальным данным. Результирующее выражение поправочного коэффициента полной задержки жидкости равно:

$$F_t = \frac{29,12 (We_L Fr_L)^{0,15} S_g^{0,359}}{Re_L^{0,2} \varepsilon^{0,6} (1 - 0,93 \cos\gamma) (\sin\theta)^{0,3}} \quad (1.36)$$

Для металлических регулярных насадок:

$\cos\gamma = 0,90$ при $\sigma \leq 0,055$ Н/м

$\cos\gamma = 5,211 \cdot 10^{-16,835\sigma}$ при $\sigma > 0,055$ Н/м

σ – поверхностное натяжение, Н/м;

γ – угол контакта жидкости и поверхности насадки, град.

Опытным путем было подтверждено, что уравнение (1.35) соответствуют экспериментально полученным данным, а также уравнению(1.32). Дополнительным преимуществом является то, что уравнение (1.35) не является неявной функцией задержки жидкости, как уравнение (1.32) . Уравнение (1.35) может быть объединено с уравнением (1.33) для получения расчетного коэффициента задержки жидкости:

$$h_L = \left[\frac{4F_t}{S_g} \right]^{2/3} \left\{ \frac{3\mu_L U_{Ls}}{\rho_L \varepsilon \sin\theta g \left[\left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \left(1 - \frac{(\Delta P / \Delta Z)_{new}}{(\Delta P / \Delta Z)_{flood}} \right) \right]} \right\}^{1/3} \quad (1.37)$$

Полученная полуэмпирическая зависимость для расчета коэффициента задержки жидкости может быть применима только к регулярным насадкам, выполненным из сетчатых или листовых материалов.

При этом для вычисления эффективной силы тяжести следует применять следующее уравнение:

$$g_{eff} = g \left[\left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \left(1 - \frac{(\Delta P / \Delta Z)_{new}}{(\Delta P / \Delta Z)_{flood}} \right) \right] \quad (1.38)$$

Это означает, что если требуется прогнозирование задержки жидкости при отсутствии экспериментальных данных, требуется точное прогнозирование перепада давления. Многие авторы обсуждали влияние задержки жидкости на перепад давления. В работе [50] взаимосвязь задержки жидкости и перепада давления требует сложного численного решения уравнений для вычисления этих параметров.

Выше представленные уравнения для вычисления задержки жидкости были получены на основе данных для систем воздуха и воды для сетчатых и листовых гофрированных регулярных насадок. Эксперименты проводились в колонне диаметром 0,43 м в Техасском университете, колонна и вспомогательные устройства были описаны в 1990 г. в работе [51]. Следует отметить, что уравнения предсказывают резкое увеличение задержки жидкости в экспериментально полученной точке захлебывания.

Число Вебера для жидкой фазы:

$$We_L = \frac{U_{Ls}^2 \rho_L S_g}{\sigma} \quad (1.39)$$

Число Фруда для жидкой фазы:

$$Fr_L = \frac{U_{Ls}^2}{S_g g} \quad (1.40)$$

Число Рейнольдса для жидкой фазы:

$$Re_L = \frac{U_{Ls} \rho_L S_g}{\mu_L} \quad (1.41)$$

Перепад давления на 1 метр высоты слоя насадки, Па/м;

$$(\Delta P / \Delta Z)_{new} = (\Delta P / \Delta Z)_{dry} \quad (1.42)$$

Перепад давления на 1 метр высоты сухой насадки, Па/м:

$$(\Delta P / \Delta Z)_{dry} = \frac{0,1775 \rho_G}{S_g \varepsilon^2 (\sin \theta)^2} U_{Gs}^2 + \frac{88,774 \mu_G}{S_g^2 \varepsilon \sin \theta} U_{Gs} \quad (1.43)$$

Перепад давления на 1 метр высоты смоченной насадки, Па/м:

$$\Delta P / \Delta Z = \frac{(\Delta P / \Delta Z)_{dry}}{[1 - (0,614 + 71,35 S_g) h_L]^5} \quad (1.44)$$

Если $\Delta P / \Delta Z \neq (\Delta P / \Delta Z)_{new}$, тогда $(\Delta P / \Delta Z)_{new} = \Delta P / \Delta Z$ и заново пересчитываем коэффициент задержки жидкости. Если $\Delta P / \Delta Z \approx (\Delta P / \Delta Z)_{new}$, тогда расчет закончен.

В 1997 году уравнения модели SRP II были модифицированы для расчета керамических и полимерных насадок [48].

Существуют подробные модели и полуэмпирические зависимости для расчета металлических регулярных насадок, однако нет данных о расчете сетчатых регулярных насадок шевронной конструкции, в связи с этим при разработке методики расчета эффективности для насадки ГИПХ-10 требуется их доработка и экспериментальная проверка применимости уравнений.

1.6 Метиламины и их применение

Метиламины представляют собой органические соединения, производные аммиака и имеют общую структурную формулу – $(\text{CH}_3)_n\text{NH}_{(3-n)}$. Они считаются сильными основаниями. Метиламины хорошо растворяются в воде, этаноле и других органических соединениях, в связи с этим они получили широкое применение в различных отраслях промышленности.

Монометиламин (ММА) CH_3NH_2 – это первичный алифатический амин. ММА имеет газообразное агрегатное состояние. Газ ММА без цвета, обладает резким запахом и быстро воспламеняется. Монометиламин по большей части используют при синтезе разного рода химических веществ. ММА широко применяют при производстве моющих средств и поверхностно-активных веществ (ПАВ). Также он применяется в фармацевтической промышленности в качестве промежуточного продукта при получении таких лекарств, как антигистаминные препараты, анальгетики и антидепрессанты. Помимо этого ММА нашел свое применение в производстве резиновой промышленности в качестве одного из составляющих компонентов ускорителя для процесса отверждения резины. Он активно используется в синтезе таких химикатов, как гербициды, инсектициды, полимеры, смолы, пластмассы и др. ММА играет важную роль при производстве химических продуктов целого ряда отраслей промышленности благодаря своей универсальной способности применения [52, 53].

Диметиламин (ДМА) $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$ – это вторичный амин, в молекуле которого два атома водорода замещены метильными радикалами. ДМА – бесцветный газ с резким неприятным запахом, легко сжижающийся при охлаждении в бесцветную жидкость. ДМА является веществом горючим и массово применяется для получения веществ, используемых в производстве резины. [54,55].

Триметиламин (ТМА) $\text{N}(\text{CH}_3)_3$. – это третичный амин, триметилированное производное аммиака. ТМА – это бесцветный сжатый

сжиженный газ, с характерным запахом. Триметиламин получил свое применение в синтезе четвертичных аммониевых солей, гидроксида тетраметиламмония, ионообменных смол, а также он используется в виде стабилизатора роста растений [54, 56].

В нашей стране массовое производство диметиламина реализовано на комбинате АО «Салаватский химический завод» в г. Салават. Товарный продукт ДМА служит сырьем для ряда фармацевтических и аграрных предприятий, в частности для приготовления лекарственных средств, для получения инсектицидов, с целью производства диметилформамида и диметилацетамида. ДМА применяется в синтезе инсектицидов, гербицидов, моющих средств, растворителей, бактерицидных препаратов, присадок к смазочным маслам, пестицидов [56].

Промышленное производство монометиламина, диметиламина и триметиламина также осуществляется компанией АО «Ангарская нефтехимическая компания». Существует ряд публикаций, в которых говорится о технологии разделения этих продуктов [57- 61].

В рамках сотрудничества с промышленным предприятием АО «Салаватский химический завод», в АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)» в 2018 году разработана технология производства диметиламина [62]. Данная технология предусматривает выделение диметиламина из продуктов, полученных в результате каталитического аминирования метанола. Качество получаемого диметиламина соответствует требованиям ГОСТ 9967-74, что подтверждается следующими показателями: содержание диметиламина (ДМА) более 99,2% по массе, содержание монометиламина (ММА) менее 0,3% по массе, содержание триметиламина (ТМА) менее 0,3% по массе, содержание воды менее 0,2% по массе, а также полное отсутствие аммиака. А также проведено внедрение конструкции регулярной насадки ГИПХ-10 на действующем предприятии.

Глава 2. Разработка усовершенствованной конструкции сетчатой регулярной насадки ГИПХ

Российский научный центр «Прикладная химия (ГИПХ)» уже более сорока лет, с начала 80-х годов, является надежным поставщиком сетчатой регулярной насадки для различных промышленных предприятий. Этот многолетний опыт и экспертиза позволяют предлагать высококачественную продукцию, отвечающую самым современным требованиям и стандартам. Стыценко А. В. с сотрудниками лаборатории процессов и аппаратов химической технологии разработали первую конструкцию волнистой насадки из проволочной сетки с косоугольным рифлением под углом 30° с шагом гофрирования 17 мм (рис.2.1). Материалом сетки служит нержавеющая сталь 12X18Н10Т. Гидродинамика и массообмен этой насадки изучены Стыценко А. В. в его работе [20], и эти характеристики будут приведены для сравнения в настоящей работе.

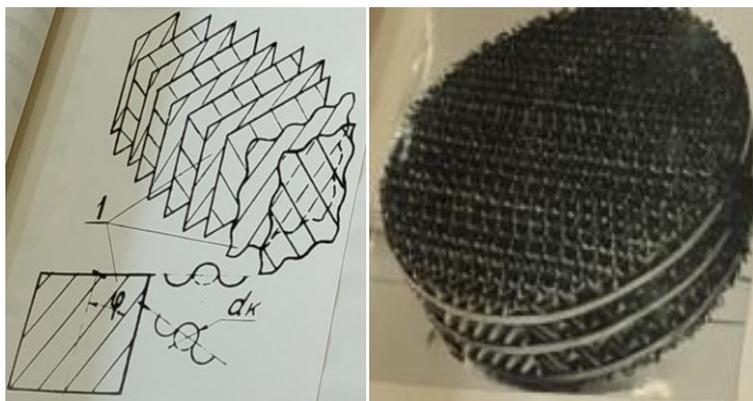


Рисунок 2.1 Волнистая насадка из проволочной сетки

В начале 90-х годов XX века Леонтьевым В.С. и Сидоровым С.И. разработана сетчатая регулярная насадка, получившая название насадка ГИПХ. Конструкция насадки представляет собой гофрированные полосы сетки с шевронным рифлением под углом 45° , но уже с двумя шагами гофрирования - 22 и 14 мм (рис. 2.2). Сетка для насадки изготовлена из нержавеющей стали марки AISI 321. Эта сталь является аналогом российской марки 12X18Н10Т и обладает отличной коррозионной стойкостью, жаропрочностью и хорошей свариваемостью. Использование AISI 321

гарантирует долговечность и надежность сетки в различных условиях эксплуатации. Технические характеристики насадок ГИПХ приведены в таблице 2.1. Насадка ГИПХ используется в различных областях промышленности на протяжении многих лет и прекрасно себя зарекомендовала в колоннах диаметром до 6 м. Модернизация и замена контактных устройств существующих колонн в ряде промышленных производств на регулярную насадку ГИПХ, повысила эффективность колонных аппаратов в 3-12 раз, а производительность в 2-5 раз. [18, 19, 63].

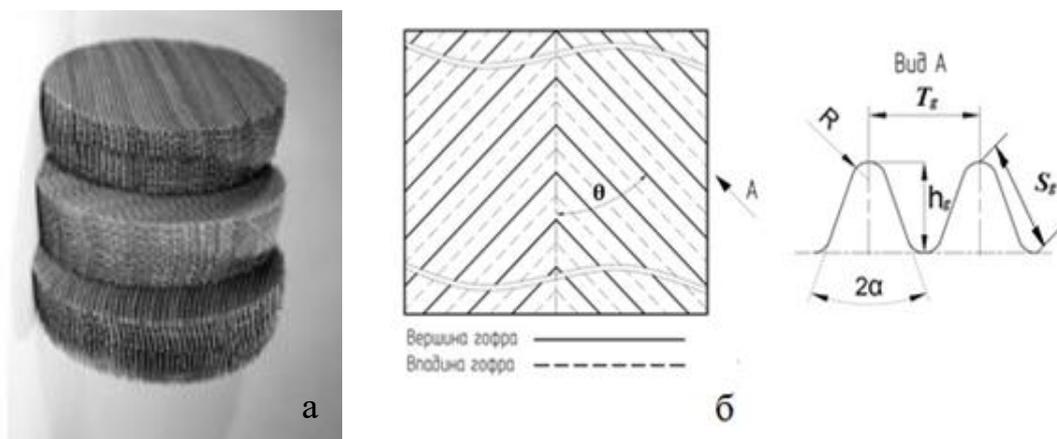


Рисунок 2.2 Регулярная насадка ГИПХ: а) внешний вид сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10; б) гофрированная сетка насадки ГИПХ с шевронным рифлением и ее основные параметры: T_g - шаг между соседними вершинами гофр, мм; h_g – высота гофра, мм; S_g – боковая сторона канала регулярной насадки, мм; R – радиус скругления, мм; 2α - угол наклона, град; $\theta = 45^\circ$ - угол движения потока в элементах насадки относительно горизонтали, град.

Таблица 2.1

Название марки	T_g (мм)	h_g (мм)	S_g (мм)	R , мм	2α , град	a (м ² /м ³)	ε (м ³ /м ³)
ГИПХ-2,5	22	12,10	16,350	4,0	60	250	0,9695
ГИПХ-3,0	22	8,50	13,900	4,0	77	300	0,9625
ГИПХ-4,0	22	5,60	12,350	4,0	98	400	0,9495
ГИПХ-5,0	14	4,90	8,550	2,5	81	500	0,9370
ГИПХ-6	14	3,80	7,950	2,5	101	600	0,9250

Регулярная насадка ГИПХ может применяться в колонных аппаратах, работающих в условиях атмосферного давления и вакуума, также допустимо ее использование в условиях повышенного давления в ряде химических процессов.

Промышленное применение регулярная насадка ГИПХ получила в процессе ректификации в спиртовой промышленности при очистке спиртов и сивушных масел, в химической промышленности при очистке жидких ракетных топлив и растворителей различной природы, в нефтеперерабатывающей промышленности при перегонке вторичных бензиновых, керосинных и других легких фракций. В процессе абсорбции при очистке от воздуха от углекислого газа и сероводорода, при удалении влаги из природного газа. В процессе экстракции при переработке тяжелых остатков нефтяного сырья.

Для насадки ГИПХ используется сетка полотняного плетения с квадратной формой ячеек. Такой способ плетения сетки выбран с точки зрения экономичности материала, за счет полотняного плетения сетка получается менее материалоемкой по сравнению с другими вариантами плетения (плетеной и крученой).

Материалом сетки служит нержавеющая коррозионно-стойкая сталь марки AISI 321 (аналог 12X18H10T). Возможно изготовление насадки ГИПХ из молибденистой стали марок 08X17H13M2T, 08X21H6M2T с целью ее применения при производстве кислот и других агрессивных сред.

Диаметр проволоки насадки ГИПХ ($d_{\text{пр}} = 0,24 \div 0,25$ мм) подобран исходя из выбора оптимальных условий для ее гофрирования. Гофрирование сетки для насадки ГИПХ осуществляется на профилирующем станке за счет пластической деформации сетки между валками с зубчатыми профилями. При увеличении диаметра проволоки $d_{\text{пр}} > 0,24 \div 0,25$ мм потребуются применить большее усилие при деформации сетки для формирования гофры. Необходимость развития больших усилий на профилирующем станке приведет к существенному увеличению подвижных частей станка, что может

сделать, в конечном итоге, нецелесообразным такие изменения. При уменьшении диаметра проволоки $d_{пр} < 0,24 \div 0,25$ мм, при гофрировании на станке полосы сетки насадки перестают держать форму, гофры по сетке распределяются неравномерно и их высота меняется.

Площадь ячейки сетки для насадки ГИПХ выбрана $S_c = 0,25$ мм². При уменьшении площади ячейки $S_c < 0,25$ мм², полосы насадки становятся жестче и приобретают форму листа, в результате этого смачиваемость насадки существенно ухудшается. При увеличении площади ячейки $S_c > 0,25$ мм², сетка становится мягче, и гофрирование полос на станке сопровождается ее разрывами по сечению шеврона.

Опыт использования сетки с вышеописанными характеристиками продемонстрировал хорошее качество смачивания поверхности листов сетки.

При этом ранее было показано [1, 3-6, 9-11], что эффективность массопередачи в колонных аппаратах увеличивается с ростом удельной поверхности насадки, что может быть обеспечено уменьшением шага между вершинами соседних гофр сетки. Изготовление прототипов гофрированных полос с шагом гофр 5, 7 и 10 мм показало, что при гофрировании на валках сетки с шагом 5 мм происходят разрывы сетки, что делает невозможным использование такой конструкции.

Таким образом, для дальнейшего исследования предложена новая конструкция насадки ГИПХ-10 с минимально возможным шагом гофрирования полос сетки 7 мм (рис. 2.3), которая изготовлена из специально профилированной металлической сетки полотняного плетения с толщиной проволоки 0,24-0,25 мм и площадью ячейки 0,25 мм². Конструкция насадки имеет шевронное рифление под углом 45°. Материалом сетки служит нержавеющая сталь марки AISI 321 (аналог 12X18H10T).

За счет минимально возможного шага гофрирования насадка ГИПХ-10 обладает повышенной удельной поверхностью, что приведет к увеличению эффективности колонных аппаратов и уменьшению габаритных размеров колонн, а также снижению материалоемкости ректификационного

оборудования. Гидродинамические и массообменные характеристики этой насадки ранее не исследовались.

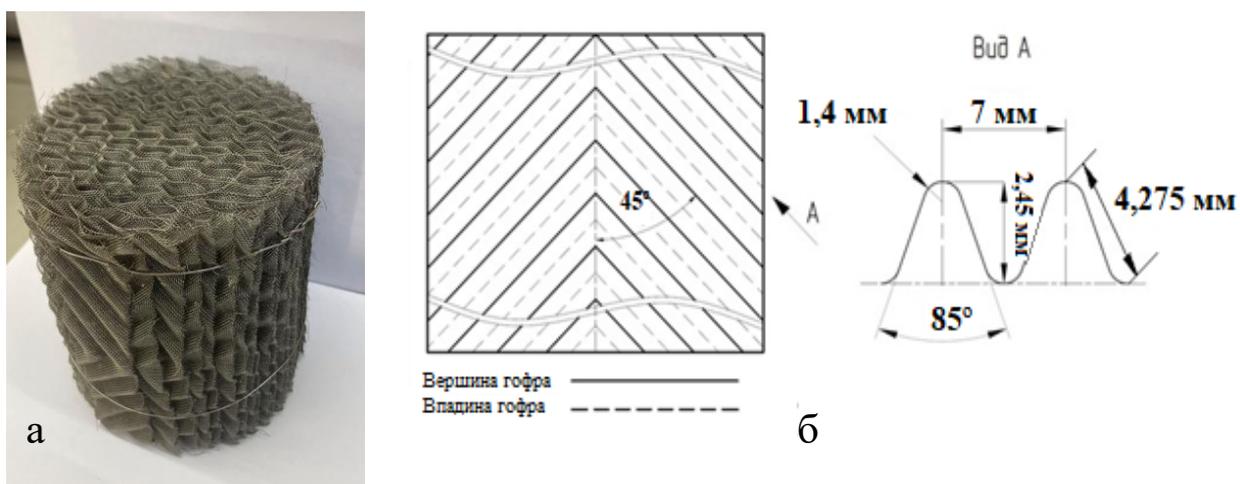


Рисунок 2.3 Регулярная насадка ГИПХ-10: а) внешний вид сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10; б) гофрированная сетка насадки ГИПХ-10 и ее основные технические параметры.

Глава 3. Методика расчета ВЭТТ и перепада давления для сетчатых регулярных насадок ГИПХ-10

3.1 Разработка методики расчета ВЭТТ

Основой методики являются заимствованные из модели SRP II корреляционные зависимости [47, 48, 64]:

- перепад давления по высоте слоя насадки – уравнения (1.42 - 1.44);
- эффективные скорости в жидкой и паровой фазах – уравнения (1.29, 1.30);
- коэффициенты массоотдачи в жидкой и паровой фазах уравнения (1.27, 1.28);
- уравнения критериев подобия (1.39-1.41);
- коэффициент задержки жидкости уравнения (1.36,1.37);
- уравнение расчета ВЭТТ (1.26).

Для оценки применимости в методике расчета уравнения (1.43) для насадки ГИПХ-10 шевронного гофрирования необходимо определить отклонение между расчетными и экспериментальными данными на примере потока воздуха и с орошением водой.

Уравнения этой модели приняты для создания методики расчета, ввиду того, что они учитывают не только гидродинамические и массообменные характеристики сетчатых регулярных насадок, а также их конструктивные особенности и материальное исполнение.

Помимо этого, основополагающей частью методики являются уравнения для определения:

- линейной плотности орошения сетчатых регулярных насадок, кг/(м·с):

$$\Gamma = \frac{L \cdot (d_k + 2\delta_c)}{1,23 \cdot D^2 (1,5 \cdot \cos\theta - \cos^{0,5}\theta + 1,5)} \quad (3.1)$$

L – массовый расход жидкости, кг/с; δ_c – толщина сетки насадки, м;
 D – внутренний диаметр колонны.

- толщины жидкостной пленки, м:

$$\delta_{пл} = 1,676 \sqrt[3]{\frac{\Gamma \cdot \mu_L}{\rho_L^2 \cdot g \cdot \sqrt{1,46 \cdot \cos^2 \theta + 1}}} \quad (3.2)$$

- средняя скорость стекания пленки для сетчатой регулярной насадки, м/с:

$$U_{Ls} = \frac{0,212 \cdot \rho_L \cdot g \cdot \delta_{пл}^2 \sqrt{1,46 \cdot \cos^2 \theta + 1}}{\mu_L} \quad (3.3)$$

Эти уравнения выведены в работе [20] при исследовании гидродинамики и массообмена волнистой насадки из проволочной сетки с косоугольным рифлением. Применимость этих формул правомерна, так как если произвольно выделить любое сечение сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10, в сечении кроме только одной точки (угол шевронной конструкции) всегда будет виден косой угол, таким образом, жидкостная пленка стекает по этому углу во всех сечениях насадки, кроме одного.

Вычисление средней скорости пара в колонне, коэффициентов диффузии, физико-химических свойств компонентов смеси осуществлялось с помощью известных зависимостей:

- средняя скорость пара, м/с [2]:

$$U_{Gs} = \frac{4 \cdot G}{\pi \cdot D^2 \cdot \rho_G} \quad (3.4)$$

G – массовый расход пара, кг/с

- коэффициент диффузии в жидкости, м²/с [4]:

$$D_L = D_{x20} [1 + b \cdot (t - 20)] \quad (3.5)$$

где t – температура, °С;

b – температурный коэффициент.

- коэффициент диффузии в жидкости при 20°С, м²/с [4]:

$$D_{x20} = \frac{10^{-6} \sqrt{\frac{1}{M_A} + \frac{1}{M_B}}}{AB \sqrt{\mu_{L20}} \left(v_H^{\frac{1}{3}} + v_B^{\frac{1}{3}} \right)^2} \quad (3.6)$$

где A, B – коэффициенты, зависящие от свойств растворенного вещества и растворителя;

M_A – молярная масса компонента А, кг/моль;

M_B – молярная масса компонента В, кг/моль;

V_H, V_B – мольные объемы компонентов в жидком состоянии при температуре кипения, см³/моль;

μ_{L20} – вязкость жидкой фазы при 20°С, мПа·с.

- коэффициент диффузии в паровой фазе, м²/с [4]:

$$D_G = \frac{4,22 \cdot 10^{-2} T^{3/2}}{p \left(v_H^{\frac{1}{3}} + v_B^{\frac{1}{3}} \right)^2} \sqrt{\frac{1}{M_A} + \frac{1}{M_B}} \quad (3.7)$$

где T – средняя температура в соответствующей части колонны, К;

p – абсолютное давление в колонне, Па.

- молярная масса двухкомпонентной смеси, г/моль[2]:

$$M_{см} = X_A M_A + (1 - X_A) M_B \quad (3.8)$$

X_A – мольная доля компонента А в жидкости.

- плотность смеси паров, кг/м³[2]:

$$\rho_G = \frac{p \cdot M_{см}}{R \cdot (t + 273)} \quad (3.9)$$

$R = 8,31$ – газовая постоянная, Дж/(моль·К);

- вязкость смеси паров, Па·с [2]:

$$\mu_G = \frac{M_{см}}{\frac{Y_A \cdot M_A}{\mu_A} + \frac{(1 - Y_A) \cdot M_B}{\mu_B}} \quad (3.10)$$

μ_A – вязкость пара компонента А, Па·с;

μ_B – вязкость пара компонента В, Па·с.

Y_A – мольная (объемная) доля компонента А в паре.

- плотность жидкости смеси, кг/м³[2]:

$$\rho_L = \frac{1}{\frac{x_A}{\rho_A} + \frac{1 - x_A}{\rho_B}} \quad (3.11)$$

ρ_A – плотность компонента А, кг/м³;

ρ_B – плотность компонента В, кг/м³;

x_A - массовая доля компонента А в жидкости.

- вязкость жидкости смеси Па·с [2]:

$$\begin{aligned} \lg \mu_L &= x_A \lg \mu_1 + (1 - x_A) \lg \mu_2 \\ \mu_L &= 10^{(x_A \lg \mu_1 + (1 - x_A) \lg \mu_2)} \end{aligned} \quad (3.12)$$

μ_A - вязкость жидкости компонента А, Па·с;

μ_B - вязкость жидкости компонента В, Па·с.

- поверхностное натяжение для двухкомпонентной смеси, Н/м [3]:

$$\sigma = \frac{\sigma_A \cdot \sigma_B}{\sigma_A \cdot X_A + \sigma_B \cdot (1 - X_A)} \quad (3.13)$$

σ_A - поверхностное натяжение компонента А, Н/м;

σ_B - поверхностное натяжение компонента В, Н/м.

Для расчета коэффициента задержки жидкости необходимо вычислить фактор формы для насадки ГИПХ-10, 1/дюйм (3.14), величина которого определяется экспериментально с использованием уравнения (3.15) при помощи определения перепада давления при захлебывании [46, 65]:

$$F_p = C_p (h_g)^{-1,1} \quad (3.14)$$

C_p – коэффициент фактора формы насадки, выраженный в дюймах;

h_g – высота гофра, дюйм.

$$(\Delta P / \Delta Z)_{flood} = 0,115 F_p^{0,7} \quad (3.15)$$

Фактор формы насадки - это экспериментальная определяемая величина, которая является функцией типа насадки и ее характерного размера.

Значения фактора формы насадки (F_p) напрямую зависит от ее определяющего размера (для нерегулярных – номинальный размер насадки; для регулярных – высота гофра). Ранее обнаружено, что при одинаковом значении определяющего размера, значение фактора формы насадки, например, для колец Палля составляет величину меньше половины, чем для колец Рашига. Это объясняется большей открытостью колец Палля по сравнению с кольцами Рашига. Другие насыпные насадки демонстрируют

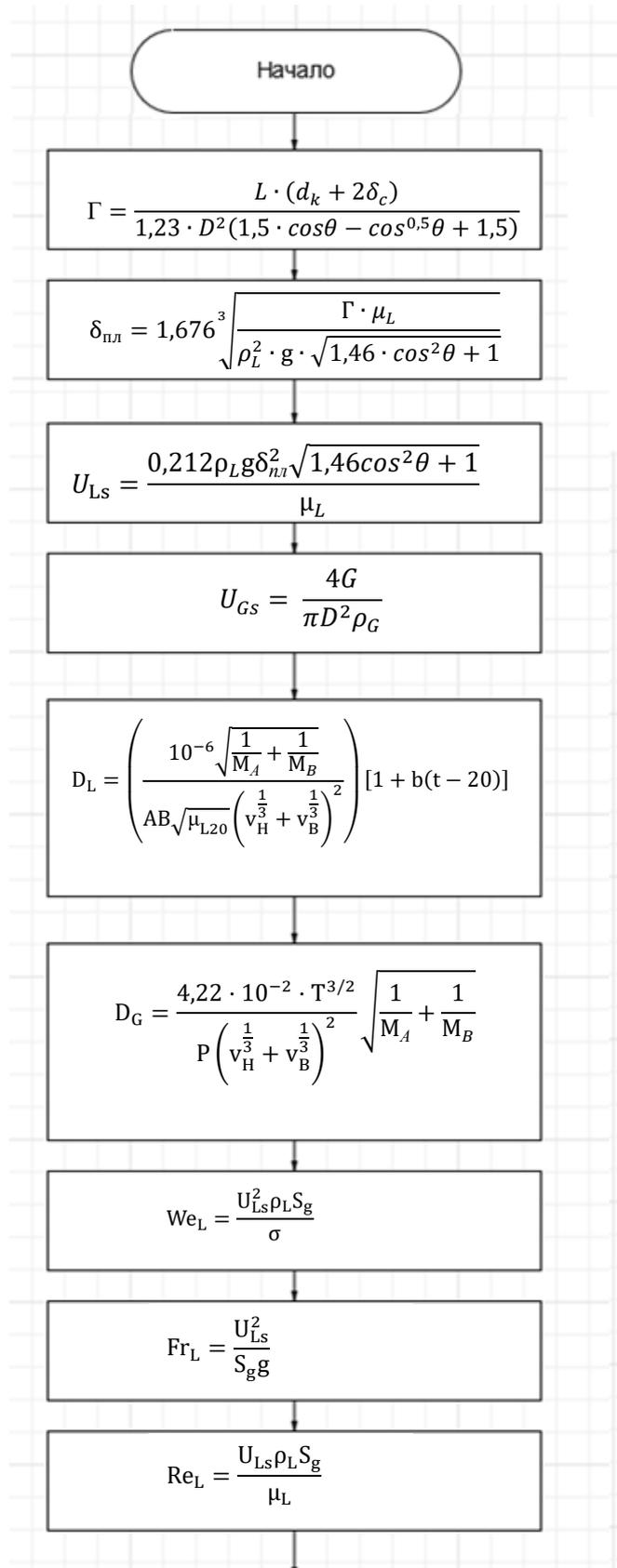
дополнительное уменьшение фактора формы насадки на треть-половину в результате дальнейшего увеличения перфорации элемента и, для некоторых элементов, уменьшения высоты элемента, что позволяет элементам укладываться более открытым образом.

Для регулярной насадки при равных значениях высот гофр значение фактора формы насадки составляет примерно одну четвертую от минимального значения для нерегулярной насадки. Но, поскольку понятие определяющих размеров для регулярной и нерегулярной насадки различается, более уместным является сравнение значений фактора формы насадки в эквивалентной конкретной области. Установлено, что значения фактора формы насадки для регулярной насадки примерно вдвое меньше самого низкого значения для насыпной насадки одинаковой удельной поверхности. При низкой и умеренной загрузке перепад давления прямо пропорционален значению фактора формы насадки; следовательно, перепад давления для регулярной насадки составляет примерно половину от перепада давления для произвольных насадок с наименьшим перепадом давления при эквивалентных значениях удельной площади и равной производительности колонны.

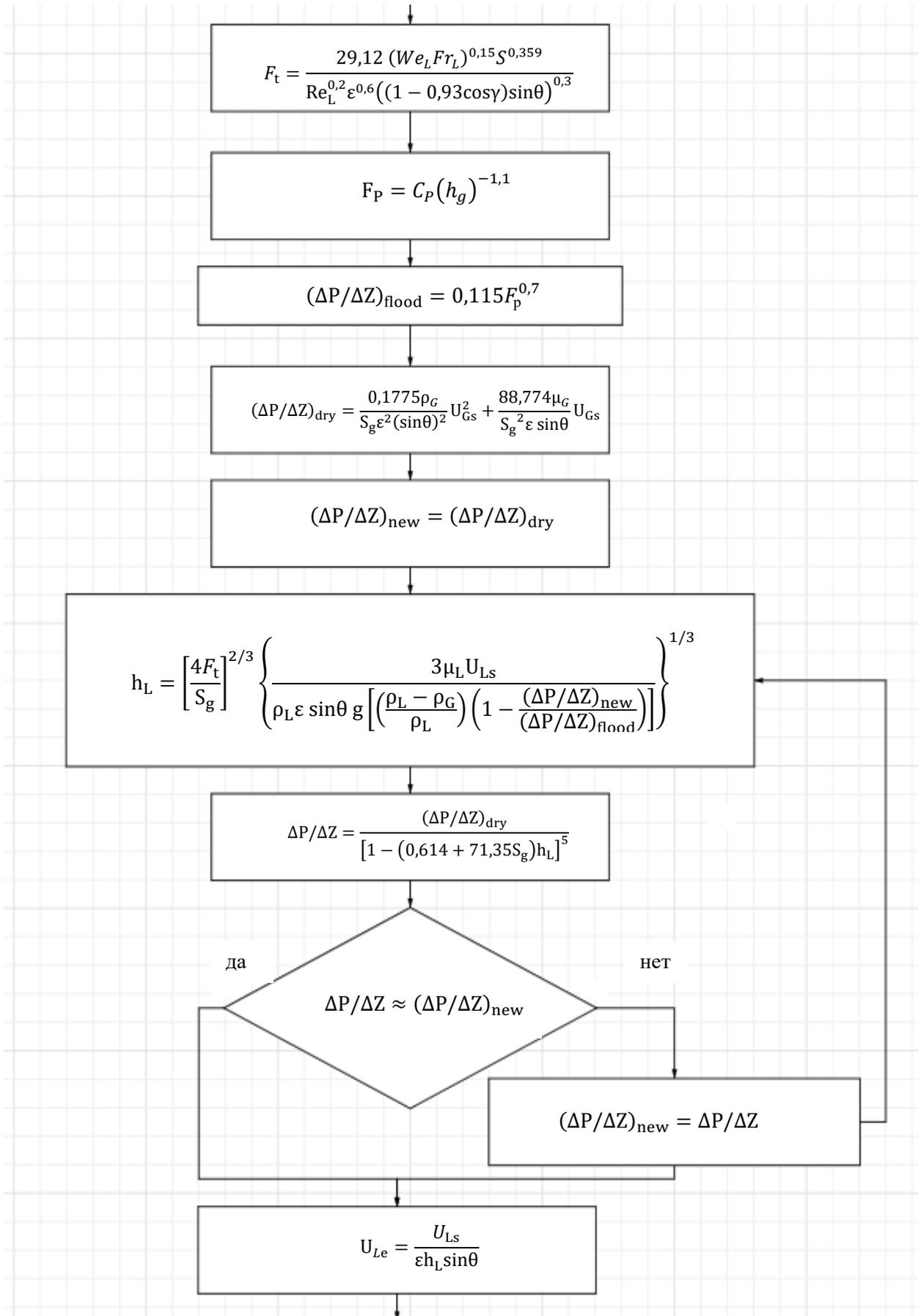
Для регулярных насадок косоугольной конструкции коэффициент фактора формы насадки $C_p = 8$, для седел Intalox - $C_p = 39$, для колец Hiflow $C_p = 34$, для колец Палля $C_p = 62$, для колец Рашига $C_p = 140$ [65].

3.2 Блок-схема методики расчета

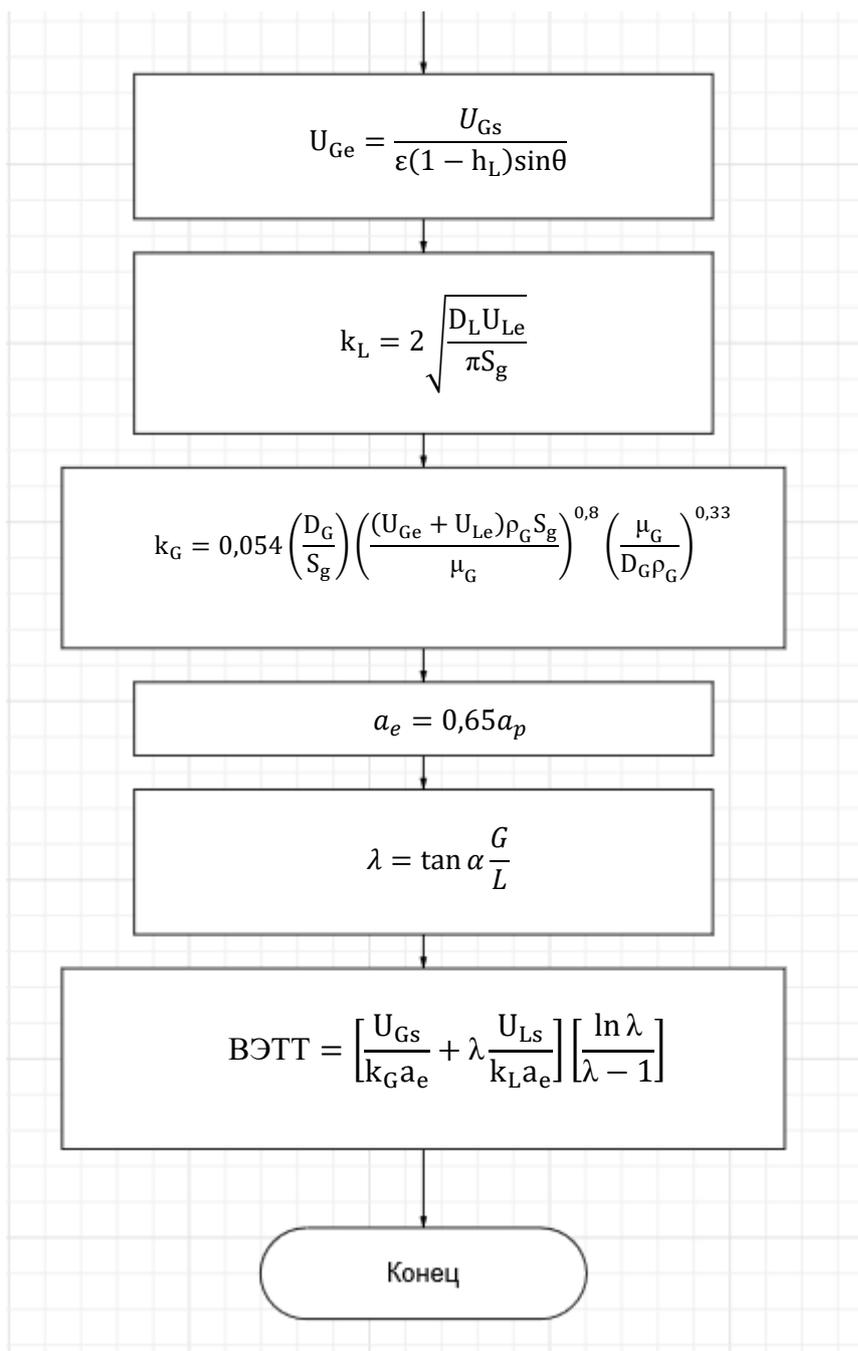
Ниже приведена блок-схема методики расчета эффективности сетчатых регулярных насадок.



Продолжение блок схемы.



Продолжение блок схемы.



Подводя итог, для построения адекватной методики расчета ВЭТТ для насадки ГИПХ-10 необходимо экспериментально определить долю свободного объема, удельную поверхность, величину перепада давления сухой насадки и величину перепада давления насадки 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 (1.26 - 1.30, 1.36, 1.37, 1.39-1.44, 3.1-3.15), которые были ранее разработаны при создании моделей течения жидкости по косоугольным насадкам различными авторами.

Пример расчета ВЭТТ по разработанной методике приведен в ПРИЛОЖЕНИИ 1.

Глава 4. Описание экспериментальных установок и аналитических методик для исследования закономерностей гидродинамики и массообмена объекта исследования

4.1 Определение доли свободного объема и удельной поверхности насадки ГИПХ-10

Величину доли свободного объема определяют путем заполнения регулярной насадки водой. Для проведения опыта использовался мерный цилиндр объемом 1000 мл и пакет сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 диаметром $D = 50$ мм и высотой $h = 96$ мм. Схема проведения эксперимента приведена на рис. 4.1. Пакет насадки ГИПХ-10 поместили в цилиндр, заполненный водой. Объем воды в цилиндре без насадки составил $V_{\text{в}} = 600$ мл, объем воды с насадкой – $V'_{\text{в}} = 622$ мл.

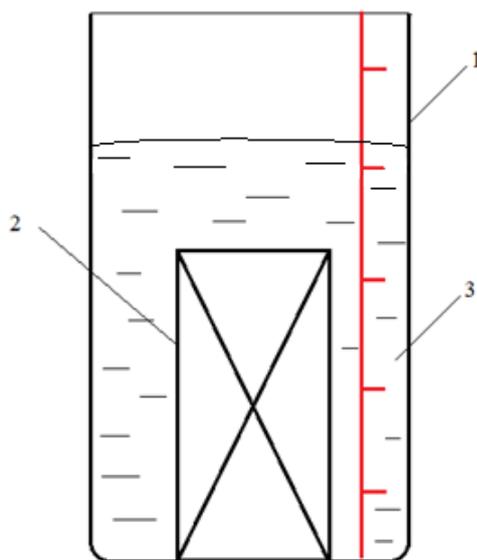


Рисунок 4.1 Схема для определения вытесненного насадкой объема жидкости: 1- мерный цилиндр; 2 – пакет насадки ГИПХ-10; 3 – вода.

Определим объем насадки ГИПХ-10:

$$V_{\text{нас}} = \pi \left(\frac{D}{2} \right)^2 \cdot h = 3,14 \cdot \left(\frac{0,05}{2} \right)^2 \cdot 0,096 = 0,000188 \text{ (м}^3\text{)} \quad (4.1)$$

Исходя из проведенного опыта, рассчитаем разность между объемом воды в цилиндре с насадкой и объемом воды без насадки:

$$\Delta V = V_{\text{в}} - V'_{\text{в}} = 622 - 600 = 22 \text{ (мл)} = 0,000022 \text{ (м}^3\text{)} \quad (4.2)$$

Вычислим объем пустот насадки ГИПХ-10[22]:

$$V_0 = V_{\text{нас}} - \Delta V = 0,000188 - 0,000022 = 0,000166 \text{ (м}^3\text{)} \quad (4.3)$$

Доля свободного объема насадки ГИПХ-10 равна [17, 22]:

$$\varepsilon = \frac{V_0}{V_{\text{нас}}} = \frac{0,000166}{0,000188} = 0,8830 \text{ (м}^3\text{/м}^3\text{)} \quad (4.4)$$

Удельная поверхность насадки ГИПХ-10 определялась исходя из предоставленных данных об удельной поверхности сетки ее производителем [66].

Удельная поверхность сетки насадки для сетки номинальным диаметром проволоки 0,24 мм составляет $S_{\text{уд}} = 1,03 \text{ кг/м}^2$. Масса насадки составляет $M_{\text{нас}} = 96,9 \text{ г}$.

Таким образом, удельная поверхность насадки ГИПХ-10 определялась исходя из соотношения:

$$a_p = 2 \cdot \frac{M_{\text{нас}}}{S_{\text{уд}} \cdot V_{\text{нас}}} = 2 \cdot \frac{0,0969}{1,03 \cdot 0,000188} = 1000,83 \text{ (м}^2\text{/м}^3\text{)} \quad (4.5)$$

Формула (4.5) учитывает обе омываемые поверхности насадки.

Для определения гидродинамических и массообменных характеристик сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 при проведении инженерных расчетов окончательно приняты значения величины доли свободного объема - $\varepsilon = 0,88 \text{ м}^3\text{/м}^3$; удельной поверхности - $a_p = 1000 \text{ (м}^2\text{/м}^3\text{)}$.

4.2 Стенд для исследования распределяющей способности насадки ГИПХ-10

Исследование растекания жидкости по поверхности регулярной насадки ГИПХ-10 проводилось на гидродинамическом стенде, принципиальная схема которого изображена на рис. 4.2. Стенд включает колонну с диаметром 0,148 м и высотой 0,9 м. Корпус колонны выполнен из оргстекла и состоит из трех царг высотой 0,3 м каждая с целью визуального наблюдения и фотографирования. В колонну помещены пакеты регулярной насадки ГИПХ-10 высотой одного пакета 0,15 м. Число пакетов изменялось от одного до трех. В качестве рабочей жидкости использовалась вода. Подача орошающей жидкости на поверхность насадки осуществлялась распределителем капиллярного типа. С помощью секундомера измерялось время, за которое количество жидкости пройдет через капиллярный распределитель и слой регулярной насадки ГИПХ, при этом высота слоя жидкости над распределителем изменялась от 2 до 15 см. В процессе испытаний число капилляров, размещенных в распределителе жидкости изменялось от 24 до 37 шт., что соответствует изменению числа точек подачи жидкости на 1 м^2 поперечного сечения орошаемой поверхности от 1400 до 2100. Помимо этого при различных плотностях орошения и количестве капилляров измерялась локальная плотность орошения в различных участках поперечного сечения насадки. Величины локальной плотности орошения определялись с помощью секционированного пробоотборника, который размещался под нижними торцами пакетов регулярной насадки в различных диаметральных направлениях. При испытаниях локальная плотность орошения измерялась в 45 различных участках поперечного сечения пакетов насадки. Значения локальной плотности орошения определялись как средние арифметические величины из 10 замеров.

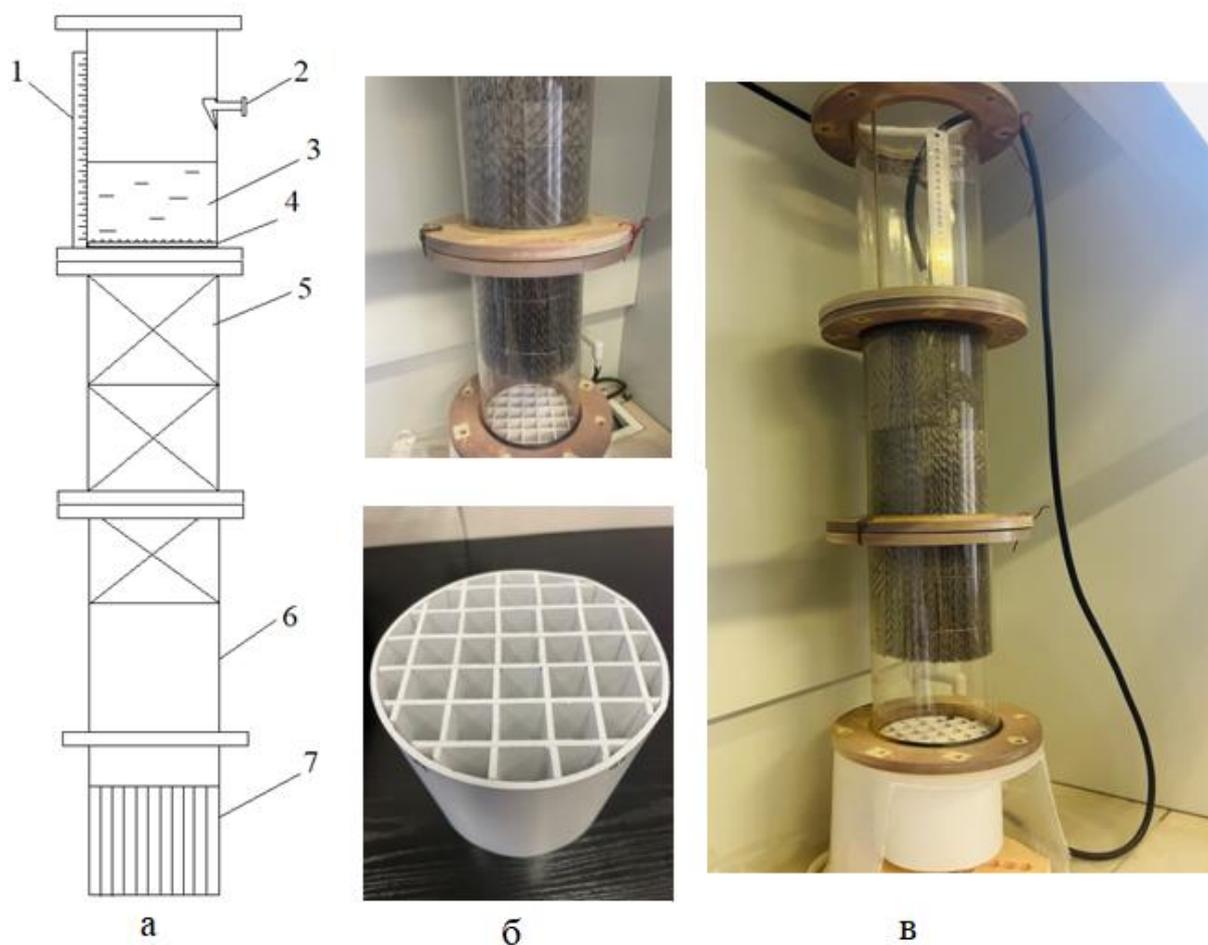


Рисунок 4.2 а) принципиальная схема гидродинамического стенда для изучения распределяющей способности регулярной насадки ГИПХ: 1 – линейка; 2 – штуцер для подачи жидкости; 3 – среда (вода); 4 – распределитель жидкости капиллярного типа; 5 – пакет регулярной насадки ГИПХ-10; 6 – царга колонны из оргстекла; 7 – секционированный пробоотборник; б) внешний вид секционированного пробоотборника; в) внешний вид гидродинамического стенда.

4.3 Ректификационные установки для исследования ВЭТТ и гидравлического сопротивления насадки ГИПХ-10

Для исследования гидродинамических свойств и эффективности массообмена регулярной насадки ГИПХ-10 были проведены эксперименты на трех различных ректификационных установках. Это позволило получить более полные и надежные данные, необходимые для всестороннего анализа характеристик данной насадки.

Получение экспериментальных данных для исследования гидродинамических и массообменных характеристик регулярной насадки ГИПХ-10 проводилось на трех ректификационных установках.

Первая ректификационная установка, предназначенная для перегонки модельных смесей с целью определения эффективности сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10, состоит из ректификационной колонны (К) диаметром 32 мм с распределителями жидкости воротникового типа, заполненной регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10 ; дефлегматора (ТО1), который охлаждается криотермостатом (КС); регулятора флегмы (РФ); фазового разделителя (ФР) с встроенным смотровым окном; теплообменника для охлаждения дистиллята (ТО2) и термостата для нагрева кубовой части колонны (ТС).

Для проведения процесса ректификации на модельной смеси циклогексан-гептан в условиях атмосферного давления использовалась стеклянная ректификационная установка. Ее принципиальная схема представлена на рис. 4.3.

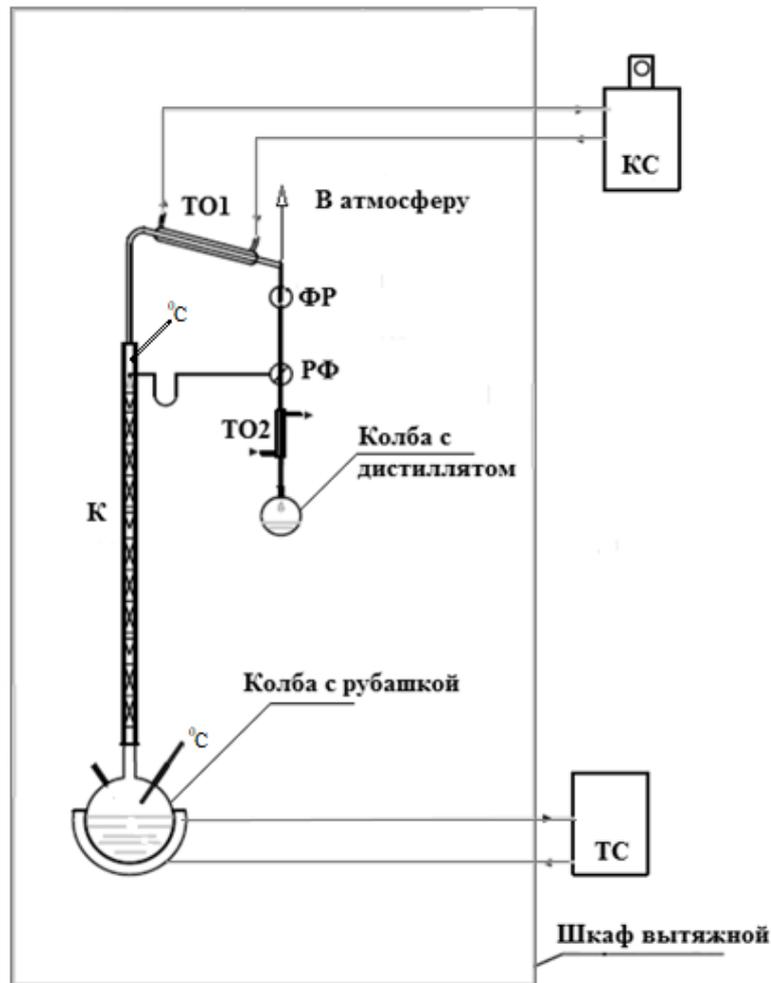


Рисунок 4.3 Схема стеклянной лабораторной установки ректификации
 Параметры стеклянной ректификационной колонны приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1

Наименование	Значение
Внутренний диаметр аппарата, мм	32
Общая высота аппарата, мм	2200
Высота насадочной части, мм	1000

Вторая ректификационная установка (рис. 4.4) предназначена для работы колонны не только в условиях атмосферного давления, но и вакуума. Установка состоит из ректификационной колонны (К) диаметром 50 мм, заполненной регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10 с

распределителями жидкости воротникового типа; дефлегматора (ТО1), который охлаждается водой температурой 8-10°C или криотермостатом (КС); теплообменника-ловушки (ТО2), который охлаждается через криотермостат изопропиловым спиртом температурой минус 14°C; вакуумного насоса (ВН) с ресивером (РВ); разделителя флегмы (РФ); фазоразделителя (ФР) с встроенным смотровым окном; теплообменника для охлаждения дистиллята (ТО3); пробоотборника (П); куба колонны, который подогревается колбонагревателем и двух U-образных ртутных вакуумметров (УМ1) и (УМ2), которые показывают давление в ректификационной установке и кубе колонны соответственно. Материал корпуса ректификационной колонны, куба, дефлегматора и теплообменников выполнен из нержавеющей стали.

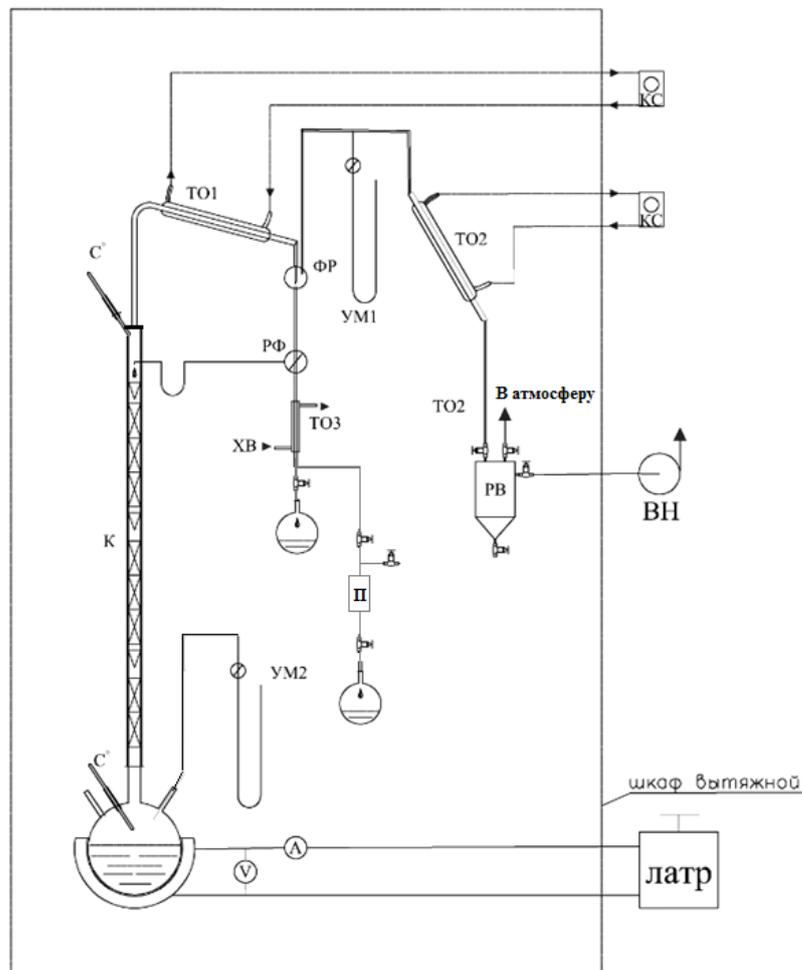


Рисунок 4.4 Схема ректификационной установки из нержавеющей стали

Параметры лабораторной ректификационной колонны из нержавеющей стали приведены в табл. 4.2.

Таблица 4.2

Наименование	Значение
Внутренний диаметр аппарата, мм	50
Общая высота аппарата, мм	2500
Высота насадочной части, мм	1000

При проведении процесса ректификации в условиях атмосферного давления исходная смесь заливается в куб ректификационной колонны (рис.3.3 и 3.4), где она подогревается через колбонагреватель, мощность которого регулируется при помощи лабораторного автотрансформатора (ЛАТР) или термостата и контролируется показаниями вольтметра (V) и амперметра (A). В результате кипения пар, поднимаясь вверх по колонне, поступает в дефлегматор, где он конденсируется. Жидкость, полученная в результате конденсации пара, поступает через фазоразделитель в делитель флегмы, после чего её часть возвращается обратно в колонну, а вторая часть отбирается в виде дистиллята. Контроль температуры верхней и нижней частей колонны осуществляется при помощи термометров. Расход флегмы замеряется в смотровом окне колонны. Для определения эффективности работы массообменных устройств необходимо, чтобы колонна проработала без отбора дистиллята в режиме «на себя» около 1-1,5 часа с целью установления равновесия, и когда температура верха становилась постоянной, отбиралось две пробы с интервалом в 10 минут.

При вакуумной ректификации процесс сопровождается не только обогревом куба колонны, но и работой вакуумного насоса. Пробы в данном случае отбирались через пробоотборник.

Для экспериментального определения эффективности работы регулярной насадки конструкции ГИПХ-10 и величины перепада давления по высоте слоя насадки ректификационной колонны были использованы

циклогексан (ГОСТ 14198-78 х.ч.), гептан (ГОСТ 25828-83 х.ч.), этилбензол (ГОСТ 9385-2013 х.ч.) и стирол (ГОСТ 10003-90 х.ч.).

Процесс ректификации модельной смеси циклогексан - гептан проводился при атмосферном давлении. Параметры процесса ректификации модельной смеси циклогексан - гептан:

- содержание циклогексана в исходной смеси - $3,5 \div 7$ % масс.;
- температура верхней части колонны - $81 \div 83$ °С;
- температура нижней части колонны - $93 \div 95$ °С;
- флегмовое число - ∞ .

Процесс ректификации модельной смеси этилбензол - стирол проводился в условиях вакуума. Параметры процесса ректификации модельной смеси этилбензол-стирол:

- содержание этилбензола в исходной смеси - $3,5 \div 7$ % масс.;
- давление (вакуум) – 50 мм.рт.ст.
- температура верхней части колонны - $55 \div 59$ °С;
- температура нижней части колонны - $65 \div 69$ °С;
- флегмовое число - ∞ .

Определение состава проб исходного продукта, дистиллята и кубовой жидкости при ректификации модельных смесей было реализовано с использованием метода газожидкостной хроматографии на хроматографе «Цвет-800» с пламенно-ионизационным детектором и набивной стальной колонкой (длина – 3 м; внутренний диаметр – 3 мм), заполненной 16% СКТФТ-50Х на хроматоне Н. Газ-носитель – гелий. Скорость газа-носителя составляет 20 мл/мин. Температура инжектора – 100 °С и 150 °С, соответственно. Относительная погрешность газохроматографического анализа составила 10-15%.

Для перегонки метиламинов с целью очистки смеси ДМА, метанола и воды от остаточного ТМА при абсолютном давлении 0,5 МПа использовалась многоцелевая установка (МЦУ) с колонной диаметром 40 мм и высотой слоя насадки ГИПХ-10 - 2000 мм (рис. 4.5). Материалом корпуса

ректификационной колонны, куба, дефлегматора и теплообменников является нержавеющей сталью.

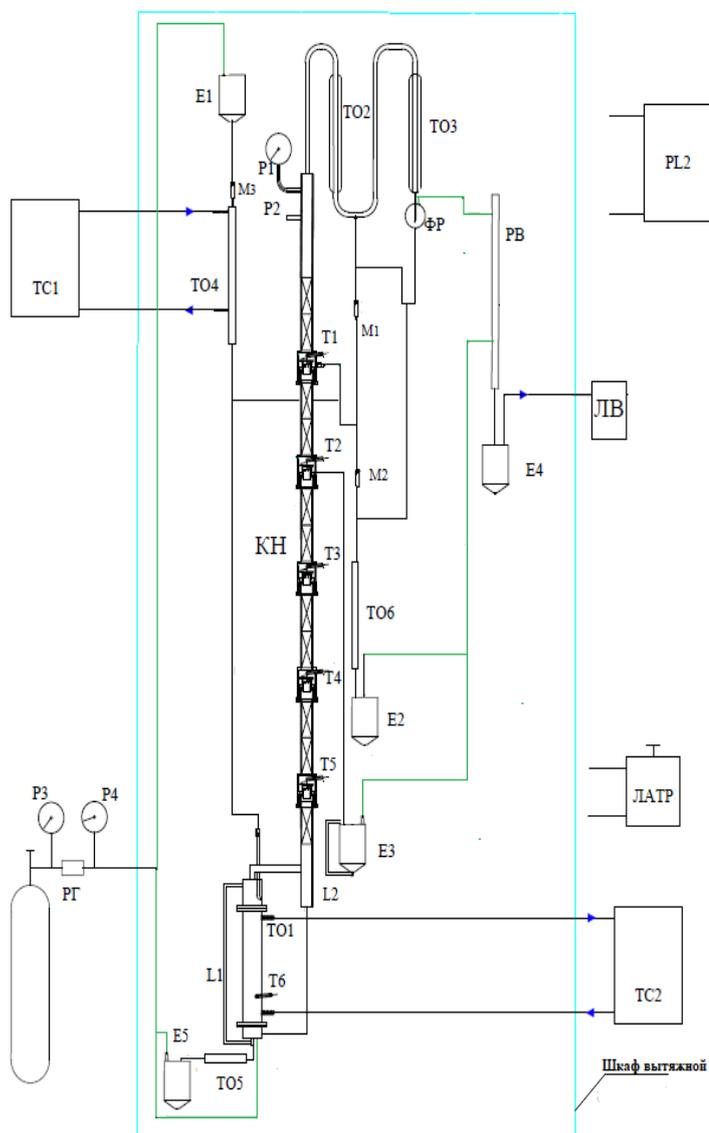


Рисунок 4.5 Установка для перегонки метиламинов: E1 – E5 – емкости; M1- M3 – смотровые фонари; TC1, TC2 – термостаты; PL2 – электронный регистратор Параграф; КН – ректификационная колонна диаметром 40 мм, заполненная регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10 с распределителями жидкости ворончатого типа; P1, P3, P4 – манометры; P2 – датчик давления; T1- T6 – термопары; ЛАТР – лабораторный автотрансформатор регулируемый; ТО1 – кипятильник; L1, L2 – уровнемер; ТО2 – дефлегматор; ТО3 – конденсатор; ТО4 – теплообменник; ТО5, ТО6 –

холодильники; РВ – ресивер; ФР – фазоразделитель; РГ – редуктор газовый; ЛВ – ловушка для азота.

Определение состава проб исходного продукта, дистиллята и кубовой жидкости при ректификации аминов было реализовано с использованием метода газожидкостной хроматографии на хроматографе «Цвет-800» с пламенно-ионизационным детектором. Применяли кварцевые капиллярные колонки: НР-1 длиной 30 и 60 м, внутренний диаметр – 0,32 мм, толщина неподвижной фазы 1,0 мкм с НЖФ 100 % диметилполисилоксан; НР-5МС с геометрическими размерами: длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина неподвижной фазы 0,25 мкм с НЖФ 5 % дифенил-, 95 % диметилполисилоксан. Температура инжектора – 150 °С. Газ-носитель – гелий, расход газа-носителя 1,5 мл/мин. Температура детектора 280 °С, расход водорода 60 мл/мин, воздуха 450 мл/мин. Относительная погрешность газохроматографического анализа составила 10-15%.

Число теоретических тарелок по высоте колонны определено двумя методами: аналитическим методом по уравнению Фенске [3] и графическим методом Мак Кеба-Тиле[3, 67, 68].

Ректификационные колонны диаметрами 32 и 50 мм работают в режиме без отбора дистиллята, т.е. с полным возвратом флегмы или в режиме полного орошения. При этом на каждой тарелке этих колонн достигается максимально возможное разделение. В колоннах, которые работают при режиме, когда флегмовое число равно бесконечности, высокая степень очистки может быть получена при минимально возможном числе теоретических ступеней разделения. Метод Мак Кеба-Тиле для бесконечно большого флегмового числа и минимального числа тарелок показан на рис.4.6.

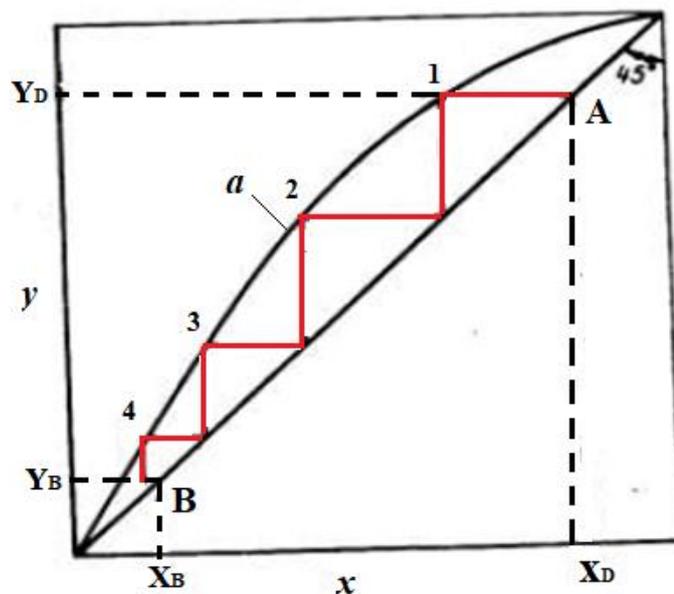


Рисунок 4.6 Метод Мак Кеба-Тиле: a – кривая равновесия; x_B – концентрация низкокипящего компонента в исходной смеси, мол доли; x_D – концентрация низкокипящего компонента в дистилляте, мол доли.

Диаграмма Мак Кеба-Тиле строится следующим образом:

- 1) На основе известных литературных данных построим кривую равновесия (линия a) для бинарной (двухкомпонентной) смеси.
- 2) Проведем диагональ $y = x$ (прямую под углом 45°). Согласно допущениям: содержание низкокипящего компонента в дистилляте в жидкой фазе равно содержанию НКК в дистиллята в паровой фазе ($x_D = y_D$) и содержание низкокипящего компонента в кубовом остатке в жидкой фазе равно содержанию НКК в кубовом остатке в паровой фазе ($x_B = y_B$), нанесем на диагональ эти точки, именуемые соответственно А и В.
- 3) Определяем число теоретических тарелок необходимое для данной степени разделения. С этой целью стоим ступени, как показано на рис. 4.6. Посторенние начинается в точке А, соответствующей составу дистиллята и заканчивается в точке В, соответствующей составу куба колонны.

Глава 5. Исследование растекания жидкости по поверхности регулярной насадки ГИПХ-10

5.1 Оценка распределяющей способности насадки ГИПХ-10 и выбор перераспределительных устройств

Распределяющая способность регулярной насадки ГИПХ-10 оценивалась с помощью коэффициента неравномерности распределения жидкости и локальных коэффициентов неравномерности распределения.

Средний коэффициент неравномерности распределения жидкости по поверхности регулярной насадки:

$$\bar{\alpha} = \sqrt{\frac{1}{\sum S_i} \cdot \sum S_i \cdot \alpha_i^2} \quad (5.1)$$

S_i - локальная площадь орошаемого поперечного сечения насадки, м²

Локальный коэффициент неравномерности распределения:

$$\alpha_i = (L_{y\partial i} - \bar{L}_{y\partial}) / \bar{L}_{y\partial} \quad (5.2)$$

$L_{y\partial i}$ - локальная плотность орошения, кг·м⁻²·с⁻¹.

Удельная плотность орошения, кг·м⁻²·с⁻¹:

$$\bar{L}_{y\partial} = \frac{L}{\sum S_i} \quad (5.3)$$

В процессе испытаний плотность орошения изменялась в пределах 0,33÷1,4 кг·м⁻²·с⁻¹. Графические зависимости на рис. 5.1 характеризуют качество распределения жидкости по всему поперечному сечению сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 и ее аналогов.

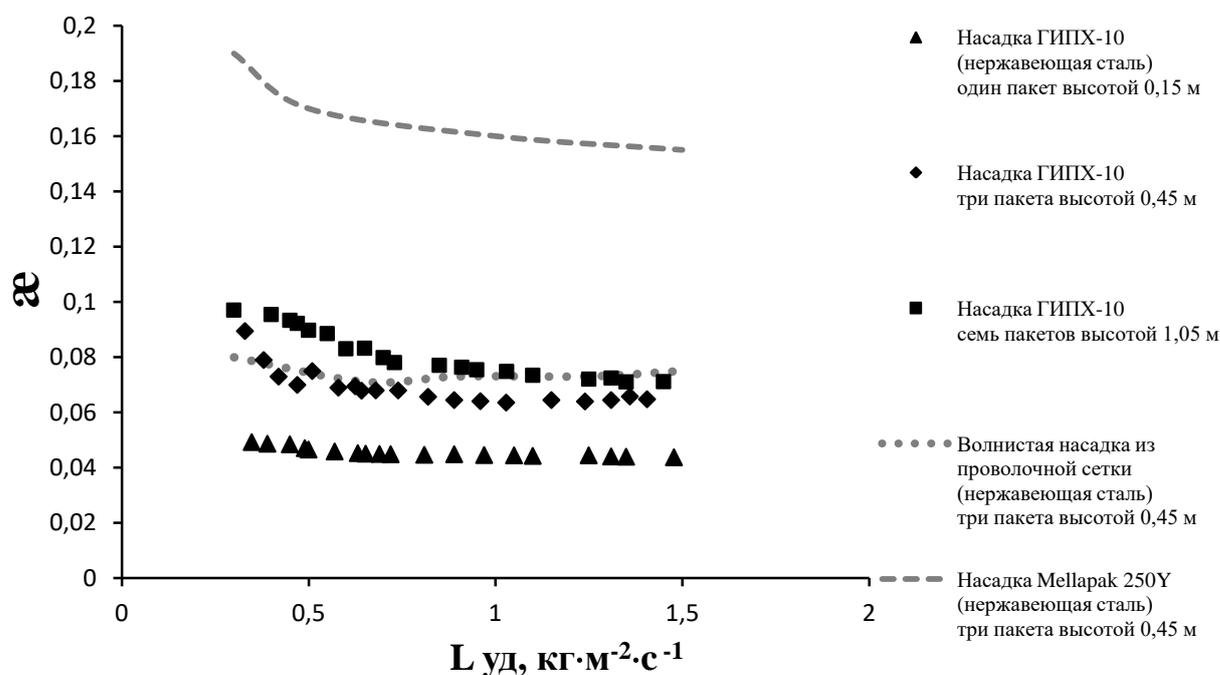


Рисунок 5.1 Зависимость среднего коэффициента неравномерности распределения жидкости от удельной плотности орошения при числе точек подачи жидкости на 1 м^2 поперечного сечения орошаемой поверхности — 2100.

Рисунок 5.1 свидетельствует, что средние коэффициенты неравномерности распределения жидкости на насадке ГИПХ-10 и сетчатой насадке косоугольного сечения отличаются незначительно, при этом они в 2,2 раза ниже, чем у листовой регулярной насадки.

На эпюрах распределения локальной плотности орошения по поперечному сечению сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 и ее аналогов (рис. 5.2), можно увидеть, что насадка ГИПХ-10 характеризуется симметричностью распределения жидкости, величины локальных коэффициентов неравномерности распределения не превосходят $\pm 0,06$, по сравнению с этим распределение жидкости по конструкции, например, насадки Sulzer типа ВХ осуществляется менее равномерно, величины локальных коэффициентов неравномерности распределения достигают $\pm 0,1$.

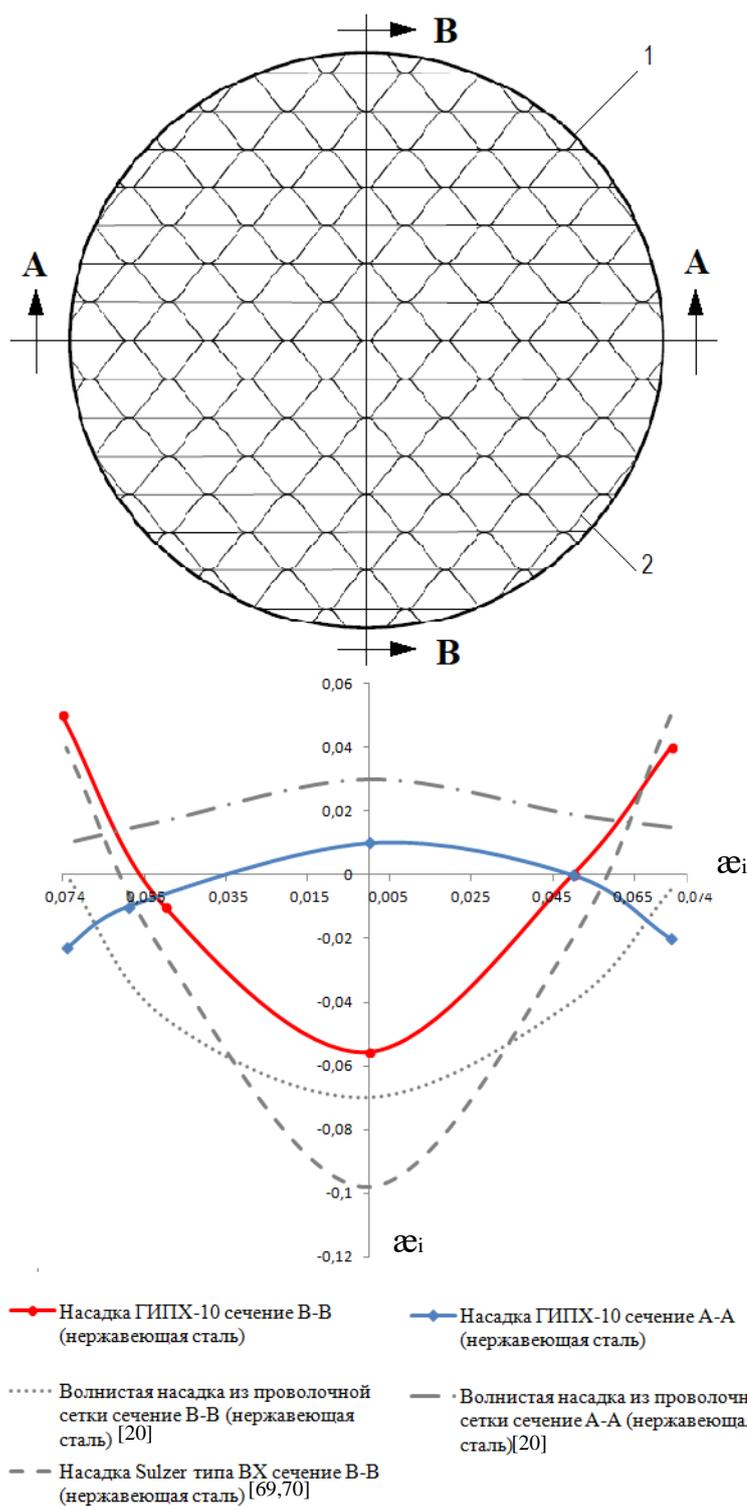


Рисунок 5.2 – Эпюры распределения локальной плотности орошения по поперечному сечению насадок с высотой слоя насадки 0,45 м, удельной плотностью орошения 0,62 кг/(м²·с) с подачей орошения - 1400 точек на площади поперечного сечения 1 м²: 1 – поперечное сечение насадки, 2 – гофрированные листы насадки.

С целью более подробного и качественного исследования механизма распределения жидкости, а также выяснения причин низкого значения среднего коэффициента неравномерности распределения жидкости проведены опыты по растеканию окрашенной жидкости по двум скрепленным гофрированным полосам насадок ГИПХ-10 и Sulzer типа ВХ. Опыт проводился с различной скоростью подачи жидкости. Насадка ГИПХ имеет скругленную форму гофр, которые расположены по сетке в виде шеврона с площадью ячейки сетки $0,25 \text{ мм}^2$. Насадка Sulzer типа ВХ имеет треугольную форму гофр, с косоугольным рифлением по сетке, а площадь ее ячейки в 10 раз меньше, чем у насадки ГИПХ-10, что определяет лучшее смачивание поверхности насадки ГИПХ-10. Благодаря шевронной конструкции и скругленным гофрам достигается более устойчивое и равномерное распределение жидкостной пленки, чем у насадки Sulzer типа ВХ (рис. 5.3). Эти параметры влияют на эффективность работы контактного устройства.

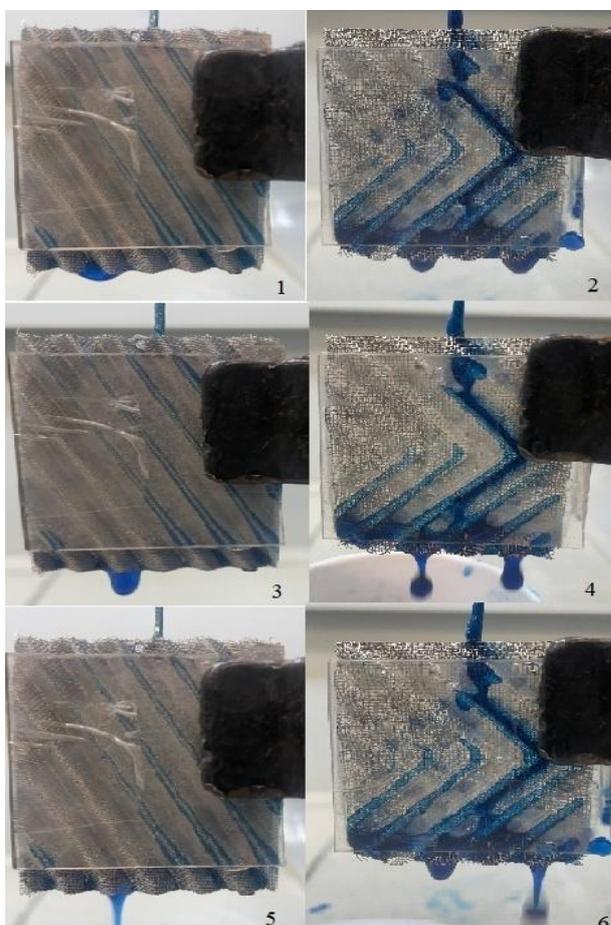


Рисунок 5.3 Течение жидкости по гофрированным полосам насадок ГИПХ-10 и Sulzer типа ВХ

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

2, 4, 6 - полоса 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

Опыты по растеканию окрашенной жидкости, позволяют предположить, что жидкость течет по насадке ГИПХ-10 двумя способами: по каналам соприкасающихся гофрированных полос насадки, разделяя поток на две капли, и по углу шеврона, как показано на схеме (рисунок 5.4). У насадки Sulzer типа ВХ одна часть распределяется по каналам соприкасающихся гофрированных полос в одну струю, а другая течет по косому углу, что устремляет поток течь по стенке, тем самым ухудшая массообменные характеристики насадки.

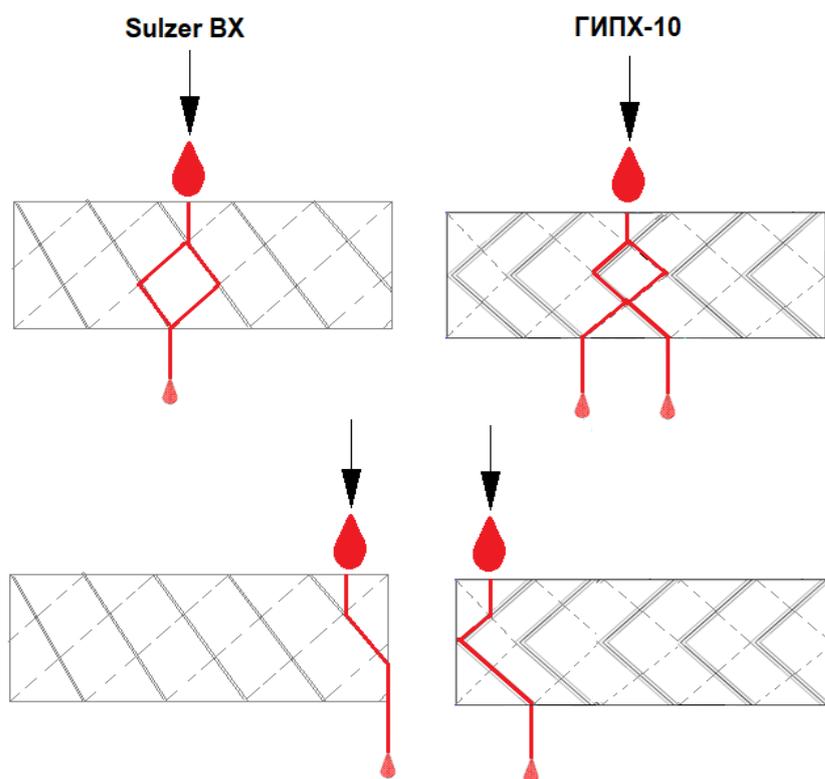


Рисунок 5.4. Схема течения капли жидкости по гофрированным полосам насадок ГИПХ-10 и Sulzer типа ВХ

Качество распределения жидкости на насадке определяет частоту установки распределителей жидкости по высоте насадочного слоя. Исходя из вышесказанного, можно сделать вывод, что распределительные устройства в колоннах, оборудованных насадкой ГИПХ-10 должны устанавливаться по таким же принципам как и для ее аналогов типа Sulzer ВХ.

В колонне насадка укладывается на опорные решетки, имеющие отверстия или щели для прохождения газа и жидкости. Для равномерного распределения пара и жидкости по поверхности насадки необходимо выбрать наиболее оптимальные конструкции распределительных устройств. Чтобы вся поверхность насадки участвовала в процессе массообмена, в промышленных аппаратах колонного типа диаметром до 400 мм принято использовать патрубковые распределители жидкости (рис. 5.5а), а в колонных аппаратах диаметром более 400 мм - желобчатые распределители жидкости (рис. 5.5б). Они позволяют равномерно перемешивать и распределять жидкость по сечению колонного аппарата. Для распределения пара рекомендуется использовать лепестковые распределители пара (рис. 5.6), которые улавливают всю поступающую с вышестоящего блока регулярной насадки жидкость и направляют ее в распределители жидкости, при этом перемешивая и распределяя пар по сечению колонны [18,19].



Рисунок 5.5 Распределители жидкости: а) патрубковый; б) желобчатый



Рисунок 5.6 Лепестковые распределители пара

Плотность орошения таких распределителей составляет $600 \div 800$ точек на 1 м^2 .

Для лабораторных колонн малых диаметров преимущественно применяют распределители капиллярного (рис. 5.7) и воротникового (рис. 5.8) типов, так как они просты в изготовлении и благодаря своим конструкциям обеспечивают достаточно равномерное распределение жидкостной пленки[18, 71].

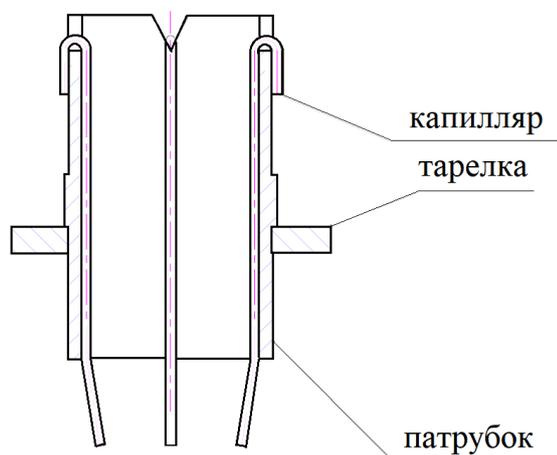


Рисунок 5.7 Капиллярный распределитель жидкости патрубкового типа



Рисунок 5.8 Воротниковый распределитель жидкости

Известно, что рекомендуемое расстояние между распределительными устройствами лежит в диапазоне $3 \div 8 \cdot D$ (где D – диаметр колонны)[71].

Результаты описанных выше экспериментов позволяют ограничить сверху частоту установки распределителей для промышленных ректификационных колонн, оснащенных регулярной насадкой конструкции ГИПХ-10, семью диаметрами, а снизу тремя диаметрами, исходя из практической целесообразности.

Глава 6. Экспериментальное определение гидродинамических и массообменных характеристик регулярной насадки ГИПХ

6.1 Определение высоты эквивалентной теоретической тарелки регулярной насадки ГИПХ-10

Число теоретических тарелок (ЧТТ) по высоте колонны определено графическим методом Мак Кеба-Тиле [3,67,68] и аналитическим по уравнению Фенске [3]:

$$n = \frac{\log \frac{x_k(1 - x_n)}{x_n(1 - x_k)}}{\log \alpha} \quad (6.1)$$

где x_n – мольная доля низкокипящего компонента в исходной смеси;

x_k – мольная доля низкокипящего компонента в дистилляте;

α – относительная летучесть.

Уравнение (6.1) используется для установления эффективности насадочных, тарельчатых и других колонн. Для насадочной колонны высота эквивалентная теоретической тарелке есть отношение полной высоты слоя насадки (H , м) к числу теоретических тарелок (n) на этой высоте (уравнение (1.7))

Исходные данные и экспериментально полученные значения ВЭТТ при проведении процесса ректификации модельных смесей на ректификационных установках диаметрами 32 мм (рис.4.3) и 50 мм (рис.4.4) приведены в табл. 6.1.

Результаты определения числа теоретических тарелок аналитическим и графическим методами представлены в таблице 6.1.

Таблица 6.1

№ опыта	Расход флегмы, кг/ч	Фактор нагрузки, $F \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1}$	Содержание НКК в исходной смеси, мас. %	Содержание НКК в отобранной пробе, мас. %	ЧТТ (графический метод)	ЧТТ (аналитический метод)
1	2	3	4	5	6	7
Циклогексан-гептан, диаметр колонны 32 мм						
1	2,13	0,41	2,85	53,91	6,50	6,67
2	2,55	0,49	2,85	57,04	7,00	6,90
3	2,95	0,58	2,85	51,37	7,00	6,49
4	3,38	0,65	4,33	54,74	6,00	5,95
5	4,00	0,77	4,33	47,97	5,50	5,46
6	4,32	0,83	7,10	58,25	5,50	5,26
7	4,37	0,88	7,10	58,01	5,50	5,24
8	4,78	0,92	9,85	64,62	5,00	5,10
9	4,94	0,95	9,85	64,82	5,00	5,13
10	5,15	0,99	9,85	65,27	5,00	5,15
11	5,25	1,01	8,10	58,94	5,00	5,05
12	5,72	1,10	8,10	58,14	5,00	4,99
13	6,11	1,25	10,75	65,96	5,00	5,03
14	6,30	1,30	10,75	59,78	4,50	4,55
Циклогексан-гептан, диаметр колонны 50 мм						
1	4,84	0,40	3,61	84,91	9,00	9,09
2	6,69	0,55	3,61	82,92	9,00	8,81
3	8,14	0,67	3,61	78,98	8,50	8,35
4	8,63	0,71	6,80	84,92	8,00	7,87
5	9,26	0,76	6,80	84,07	7,50	7,78
6	10,33	0,85	6,73	83,95	7,50	7,76
7	10,70	0,88	6,73	84,21	7,50	7,79
8	10,94	0,90	6,73	84,30	7,50	7,80
9	11,79	0,97	6,67	82,88	7,50	7,62
10	12,30	1,01	6,67	81,34	7,50	7,46
11	13,42	1,10	5,35	76,92	7,50	7,38
12	14,93	1,22	5,35	78,15	7,50	7,51
13	15,47	1,25	3,60	64,64	7,00	7,04
14	15,72	1,27	3,60	61,69	7,00	6,82
15	15,86	1,28	3,60	61,25	6,50	6,78
Этилбензол-стирол, диаметр колонны 50 мм						
1	1	2,23	0,62	6,76	74,36	10,00
2	2	2,33	0,65	6,76	74,02	10,00
3	3	2,47	0,69	6,76	73,65	10,00
4	4	2,58	0,72	6,52	73,20	10,00
5	5	2,72	0,76	6,52	73,25	10,00
6	6	2,90	0,81	6,81	66,91	9,50
7	7	3,04	0,85	6,81	73,91	10,00
8	8	3,18	0,89	6,81	72,44	10,00

Продолжение таблицы 6.1.

1	2	3	4	5	6	7
9	3,36	0,94	6,75	72,90	10,00	9,90
10	3,75	1,05	6,75	63,11	9,00	8,66
11	4,43	1,24	6,75	60,29	8,50	8,33
12	4,68	1,31	6,66	68,74	9,50	9,39
13	4,90	1,37	6,66	66,67	9,00	9,13
14	5,00	1,40	6,66	66,44	9,00	9,20
15	5,18	1,45	6,66	66,63	9,00	9,12
16	5,43	1,52	6,25	51,29	8,00	7,56
17	5,54	1,55	6,25	56,25	8,00	8,10
18	5,62	1,58	6,25	51,40	8,00	7,60
19	5,77	1,62	6,25	52,60	8,00	7,70
20	5,88	1,79	6,11	52,11	8,00	7,70
21	6,02	1,84	6,11	49,1	7,50	7,38
22	6,25	1,95	6,00	43,62	7,00	6,83
23	6,52	2,10	6,00	41,68	6,50	6,70

Относительная погрешность при определении ВЭТТ аналитическим и графическим методом составила 3-5%. В дальнейшем, для графического отображения экспериментальных значений ВЭТТ, использовались данные, полученные аналитическим путем.

В ходе лабораторных испытаний насадки ГИПХ-10, установленной в ректификационной колонне диаметром 32 мм, была определена ее эффективность при разделении модельной смеси циклогексана и гептана. Результаты, полученные в серии экспериментов (табл. 6.1 опыт №1-14), продемонстрировали, что высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ), для данной насадки находится в диапазоне от 0,15 до 0,22 м (рис. 6.1). Первые экспериментальные исследования проводились на колонне малого диаметра, где наблюдался так называемый пристеночный эффект. В этом случае жидкость стекает не по всей поверхности насадки, а течет большей частью по стенке, т.е. вся поверхность насадки не участвует в процессе массообмена, таким образом, исходя из этих опытов, нельзя однозначно утверждать, что получена максимальная эффективность сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10.

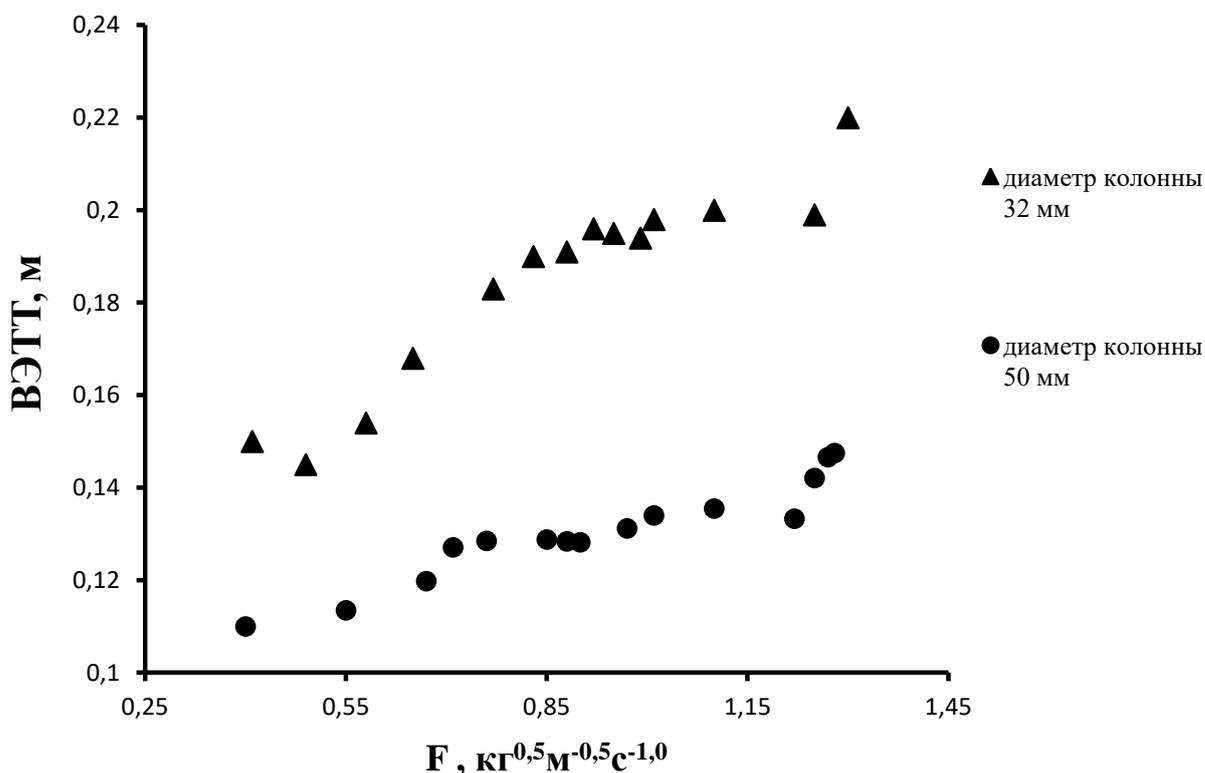


Рисунок 6.1. Зависимость ВЭТТ сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 от фактора нагрузки при разделении модельной смеси циклогексан-гептан на ректификационных колоннах 32 мм и 50 мм.

Остальные экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 проводились в ректификационной колонне с большим диаметром - 50 мм. При ректификации модельной смеси циклогексан-гептан на ректификационной колонне Ø50 мм в условиях атмосферного давления (табл. 6.1 опыт №1-15), величина ВЭТТ составила $0,11 \div 0,15$ м (рис. 6.1).

На графике (рис. 6.1) отражено влияние пристеночного эффекта. Сравнение в одинаковых условиях, показало, что при увеличении диаметра от 32 до 50 мм значения ВЭТТ уменьшаются в 1,5 раза.

Экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 на модельной смеси этилбензол-стирол на ректификационной колонне 50 мм в условиях вакуума показали (табл. 6.1 опыт №1-23), что значения ВЭТТ варьируются в пределах $0,1 \div 0,15$ м (рис. 6.2), характеризуя тем самым хорошую разделяющую способность насадки ГИПХ-10.

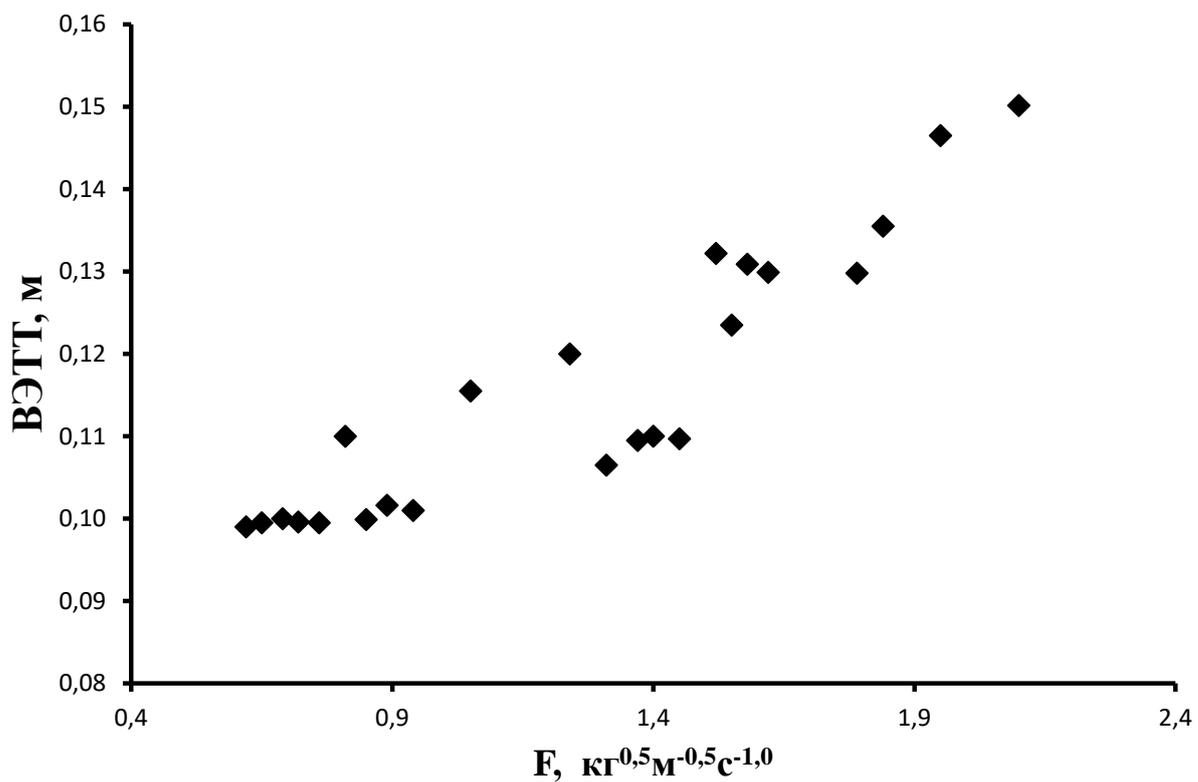


Рисунок 6.2. Зависимость ВЭТТ сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 от фактора нагрузки при разделении модельной смеси этилбензол-стирол на ректификационной колонне 50 мм.

6.2 Экспериментальное изучение рабочих режимов и гидравлического сопротивления насадки ГИПХ-10

Область нагрузок, соответствующих началу захлебывания регулярной насадки ГИПХ-10, определялась по характеру стекания жидкости в смотровом окне колонны. Режим начала захлебывания насадки характеризовался скачкообразным возрастанием гидравлического сопротивления и существенным снижением разделяющей способности. При дальнейшем незначительном увеличении нагрузки наблюдалось полное накапливание жидкости в смотровом окне колонны, что свидетельствовало о ее захлебывании.

На основе проведенных экспериментальных исследований определены не только эффективность и гидравлическое сопротивление регулярных насадок ГИПХ-10, а также область рабочих и предельных нагрузок для колонных аппаратов, оснащенных конструкциями этих насадок.

С помощью уравнений для вычисления скорости захлебывания (6.3) с точностью до 10% могут быть вычислены предельные нагрузки на ректификационные колонны с различными модификациями регулярной насадки ГИПХ, используемыми в области атмосферного давления и вакуума (до 6,67 кПа).

Для регулярной насадки ГИПХ-10 скорость захлебывания рассчитана по известным зависимостям [72,73].

Скорость захлебывания, м/с:

$$U_L = \frac{\rho_G \cdot U_G}{\rho_L} \cdot \left(\frac{L}{V}\right) \quad (6.2)$$

где L – расход жидкости, кг/с;

V – максимальный расход пара в колонне на тарелке, кг/с.

Скорость пара, м/с:

$$U_G = \frac{C_G}{\left[\frac{\rho_G}{\rho_L - \rho_G}\right]^{0.5}} \quad (6.3)$$

Коэффициент нагрузки по пару, м/с:

$$C_G = \left[\frac{1,57 \cdot a^{-0,25} \cdot \mu^{-0,03} \cdot N_g^{0,25}}{1 + m \cdot \left(\frac{\rho_G}{\rho_L}\right)^{0,5} \cdot \left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_G}\right)^{0,25} \cdot \left(\frac{L}{V}\right)^{0,5}} \right]^2 \quad (6.4)$$

Если $\rho_L \gg \rho_G$,

$$C_G = \left[\frac{1,57 \cdot a^{-0,25} \cdot \mu^{-0,03} \cdot N_g^{0,25}}{1 + m \cdot \left(\frac{L}{V} \left(\frac{\rho_G}{\rho_L}\right)^{0,5}\right)^{0,5}} \right]^2 \quad (6.5)$$

$$m = 0,78 \exp(0,00058 \cdot a) \quad (6.6)$$

$$N_g = w^2 r / g \quad (6.7)$$

где m – константа;

a - удельная поверхность насадки, м²/м³;

μ - отношение вязкости жидкости к воде при 20°C;

N_g - безразмерное ускорение;

w – угловая скорость, рад/с;

r – радиус, м

g – ускорение свободного падения м/с².

Диаметр колонны, м:

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot G}{3,14 \cdot U_L \cdot 0,8 \cdot \rho_G}} \quad (6.8)$$

В условиях атмосферного давления в смотровом окне колонны диаметром 32 мм наблюдался процесс захлебывания при факторе нагрузки $F = 1,5 \div 1,6 \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1}$, величина перепада давления при захлебывании колонны составила $\Delta p/H=2941 \text{ Па/м}$.

Колонну диаметром 50 мм в условиях атмосферного давления захлебнуть в лабораторных условиях не удалось ввиду ограничения по мощности приборов для обогрева их кубовой части.

В условиях вакуума (до 6,67 кПа) в смотровом окне колонны наблюдался процесс захлебывания регулярной насадки ГИПХ-10 при факторе нагрузки $F = 2,4 \div 2,6 \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1}$. Исходя из определенной в эксперименте величины перепада давления при захлебывании колонны $\Delta p/H = 15942 \text{ Па/м}$ для насадки ГИПХ-10 был определен коэффициент фактора формы $C_p = 3$, который использовался в разработанной методике расчета ВЭТТ.

В результате расчета при режиме захлебывания колонн диаметрами 32 и 50 мм определены скорости захлебывания с помощью уравнений (6.2) -(6.7) с целью проверки применимости этих формул (табл. 6.2)

Таблица 6.2

Расход флегмы, кг/ч	Фактор нагрузки, $\text{кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1}$	Скорость захлебывания U_L , уравнение (6.2) м/с	Рабочая скорость пара $0,8U_L$, м/с	Диаметр расчетный D, уравнение (6.8) мм
Захлебывание колонны Ø32мм, смесь циклогексан-гептан				
7,71	1,5÷1,6	0,73	0,58	38,10
Захлебывание колонны Ø50 мм, смесь этилбензол-стирол				
6,8	2,4÷2,6	3,72	2,98	55,94

Полученные расчетные величины диаметров колонн свидетельствуют, о достоверном предсказании процесса захлебывания в колоннах меньшего диаметра. Таким образом, можно сделать вывод, что уравнения (6.2)-(6.7) применимы при расчете скорости захлебывания с целью выбора диаметра колонны.

В условиях вакуумной ректификации на основе полученных результатов установлен интервал значений оптимального фактора нагрузки

(6.9), т.е. эксплуатационный диапазон нагрузок при котором регулярная насадка ГИПХ-10 под абсолютным давлением до 6,67 кПа обладает минимальным гидравлическим сопротивлением при почти неизменной эффективности.

$$F_{\text{опт}} = (W_{\Gamma})_{\text{опт}} \sqrt{\rho_{\Gamma}} = (1,5 \div 2,1) \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1} \quad (6.9)$$

Очевидно, что с технико-экономической точки зрения режим работы колонн, при котором нагрузочный фактор существенно ниже оптимальных значений, нецелесообразен. Исходя из этого и для упрощения подбора диаметра колонны диапазон оптимальных нагрузок на ректификационные колонные аппараты, работающие в условиях вакуума и оснащенные регулярной насадкой ГИПХ-10, определяется соотношением:

$$1,5 \div 2,1 \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1} \leq F < 2,4 \div 2,6 \text{ кг}^{0,5} \text{ м}^{-0,5} \text{ с}^{-1} \quad (6.10)$$

Измерено гидравлическое сопротивление сухой регулярной насадки ГИПХ-10. Опыт проводился в ректификационной колонне диаметром 50 мм в условиях атмосферного давления при помощи воздуха. Перепад давления на 1 метр высоты насадочного слоя сухой насадки ГИПХ-10 составляет 35÷118 Па/м. Результаты экспериментального определения перепада давления сухой насадки ГИПХ-10 представлены на рисунке 6.3.

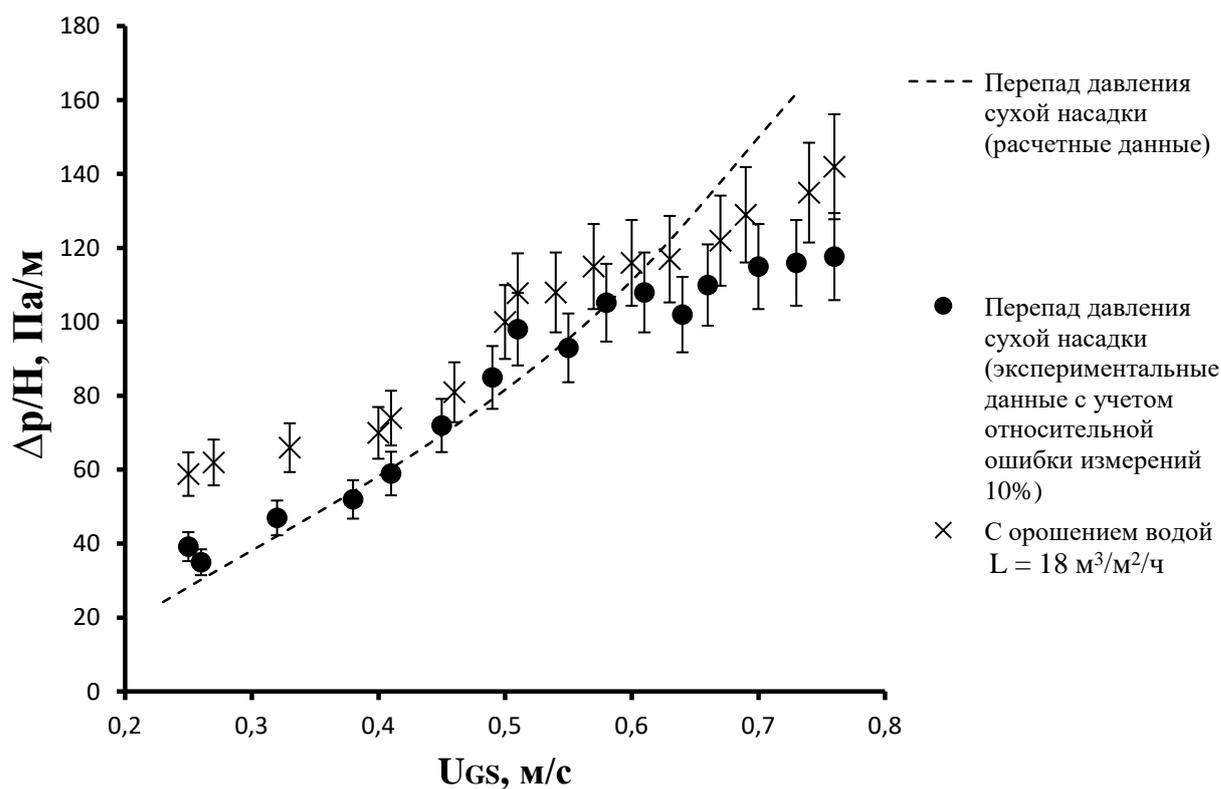


Рисунок 6.3 Зависимость гидравлического сопротивления сухой насадки и с орошением.

Экспериментальные и расчетные результаты показали допустимую сходимость, таким образом, можно сделать вывод, что в разрабатываемой методике расчета при определении гидравлического сопротивления сухой насадки возможно использование формулы (1.43).

Измерено гидравлическое сопротивление смоченной регулярной насадки ГИПХ-10. Перепад давления на 1 метр высоты насадочного слоя в ректификационной колонне диаметром 32 мм на модельной смеси циклогексан-гептан в условиях атмосферного давления составляет $13 \div 70$ Па/м.

При ректификации модельной смеси циклогексан-гептан в ректификационной колонне 50 мм в условиях атмосферного давления величина перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя составляет $15 \div 65$ Па/м.

Величина перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя ректификационной колонне 50 мм в условиях вакуума для модельной смеси

этилбензол-стирол составляет $40 \div 180$ Па/м. Графические зависимости перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя для сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 представлены на рис. 6.4.

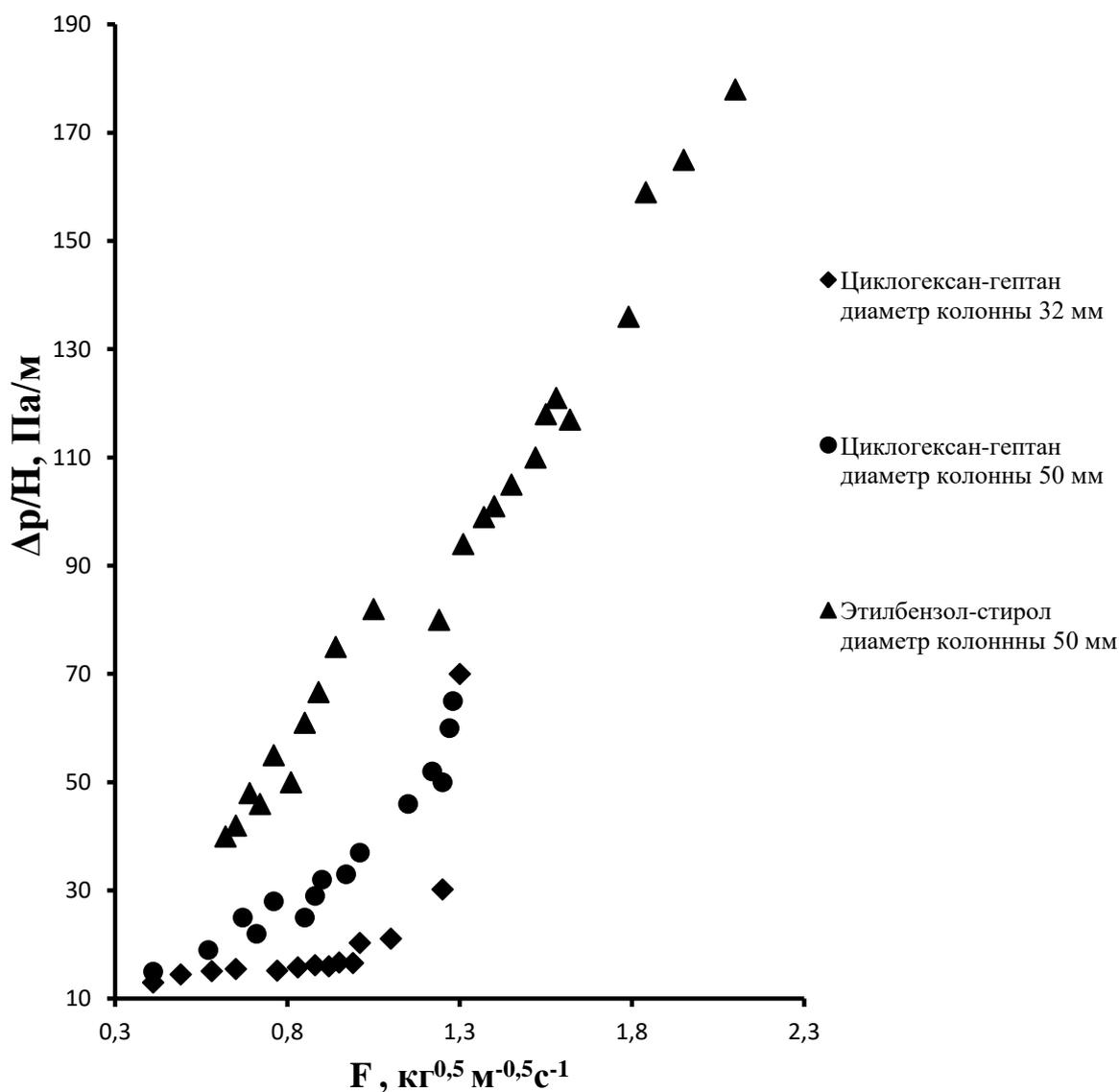


Рисунок 6.4. Зависимость гидравлического сопротивления сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 от фактора нагрузки при разделении модельных смесей циклогексан-гептан и этилбензол-стирол на ректификационных колоннах 32 мм и 50 мм.

6.3 Сравнение полученных результатов с характеристиками образцов регулярных насадок отечественных и зарубежных производителей

Проведено сравнение данных, приведенных в разделе. 6.1. Сравнение гидродинамических и массообменных характеристик регулярных и насадок проводилось в сопоставимых условиях: с использованием одних и тех же модельных систем и при одинаковом рабочем давлении, таким образом, что режимные параметры соответствовали указанным условиям. При сравнении результатов также учитывались расчетные данные ВЭТТ по разработанной методике расчета для регулярной насадки ГИПХ-10.

Экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 на модельной смеси циклогексан - гептан в ректификационной колонне диаметром \varnothing 50 мм (рис. 6.5) показали, 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.

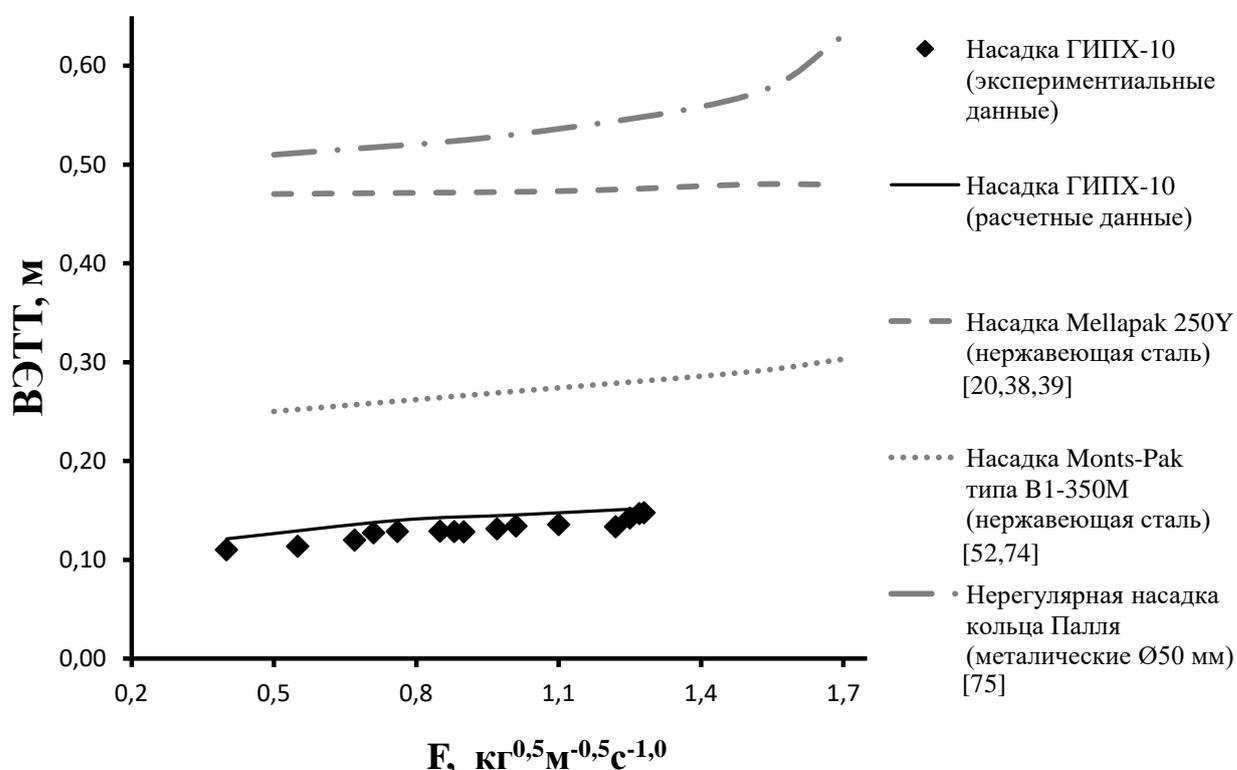


Рисунок 6.5. Зависимость ВЭТТ массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси циклогексан-гептан.

При этом, на рисунке 6.5 нанесена кривая, созданная на основе разработанной методики, необходимо обратить внимание на хорошую сходимостью экспериментальных и расчетных данных, в опытах максимальное относительное отклонение составило 8 %.

Экспериментальные исследования насадки ГИПХ-10 на модельной смеси этилбензол-стирол в условиях вакуума (рис. 6.6) показали, что значения ВЭТТ варьируются в пределах $0,1 \div 0,15$ м, характеризуя тем самым хорошую разделяющую способность насадки ГИПХ по сравнению со своими зарубежными и отечественными аналогами, ввиду лучшего распределения жидкости по поверхности насадки и большей удельной поверхности. 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.

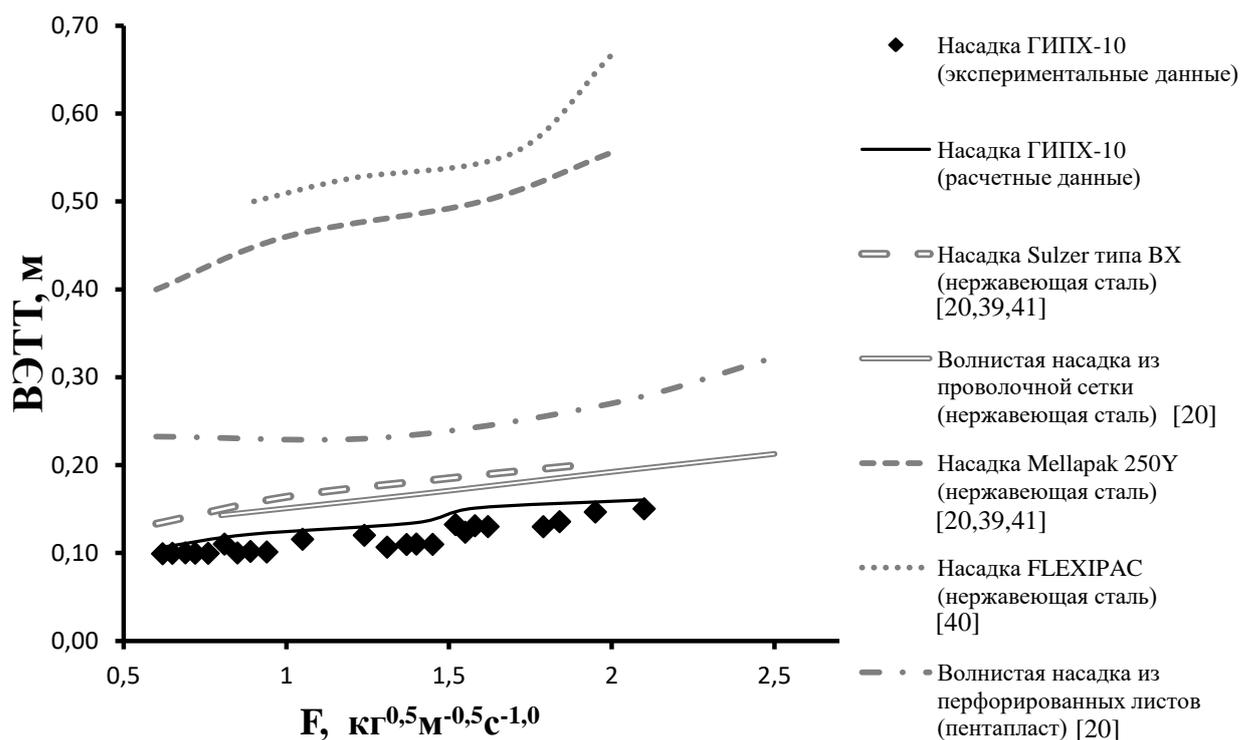


Рисунок 6.6. Зависимость ВЭТТ массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси этилбензол-стирол.

На рисунке 6.6 нанесена кривая, созданная на основе разработанной методики. Обращает на себя внимание высокая сходимостью

экспериментальных и расчетных данных, в данной серии экспериментов максимальное относительное отклонение составило 16 %.

Результаты сравнения величин гидравлического сопротивления отечественных и зарубежных регулярных насадок в условиях атмосферного давления представлены на рис. 6.7. На графике видно, что насадка ГИПХ-10 обладает меньшим перепадом давления по высоте слоя насадки, чем все представленные образцы насадок. Это связано с более равномерным распределением жидкости и пара по сечению насадки за счет одинакового расположения каналов прохождения жидкой и паровой фаз.

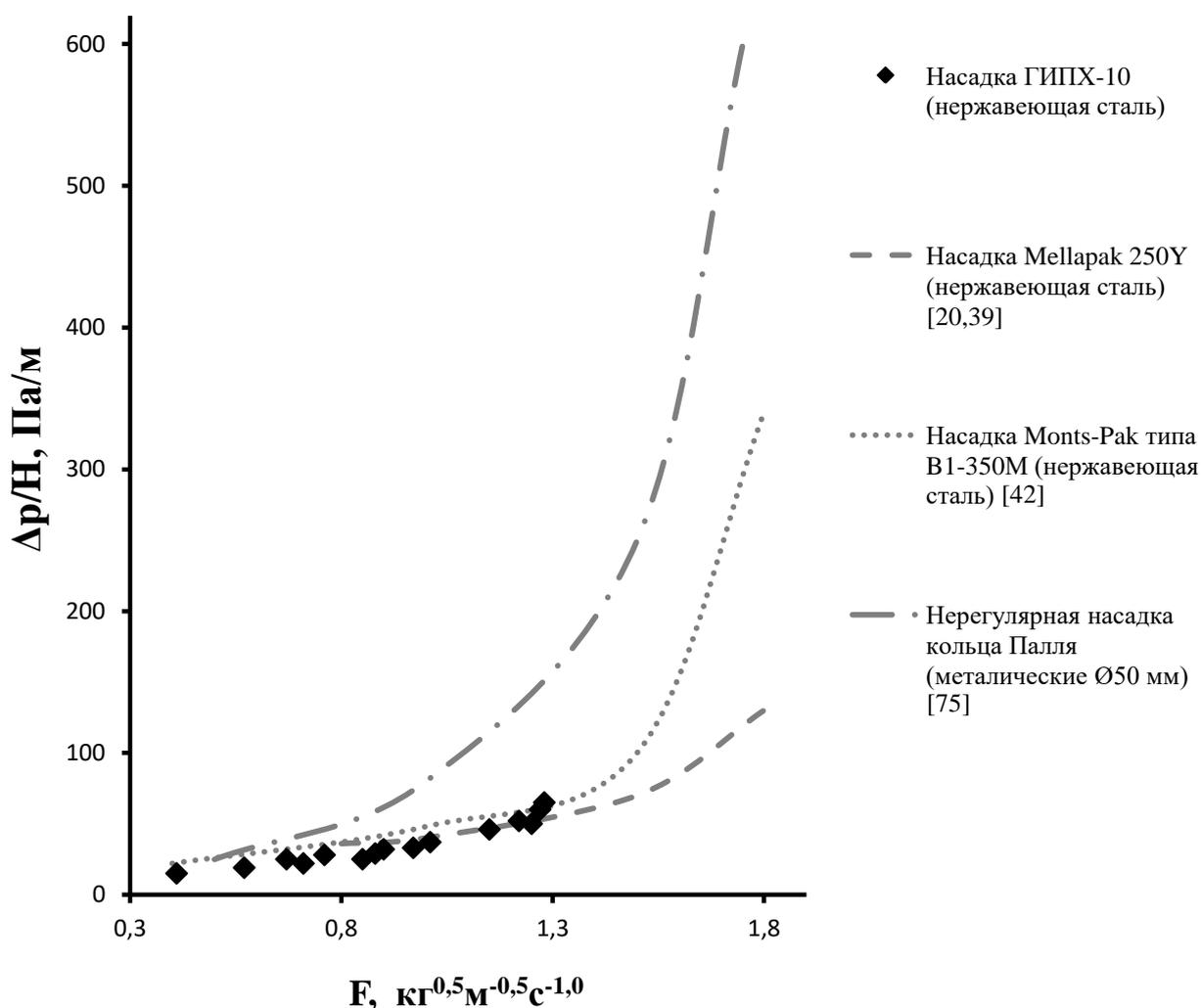


Рисунок 6.7. Зависимость гидравлического сопротивления массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси циклогексан-гептан.

Сравнение величин перепада давления на 1 метр высоты насадочного слоя отечественных и зарубежных регулярных насадок в условиях вакуума приведено на рис. 6.8. На графике 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.

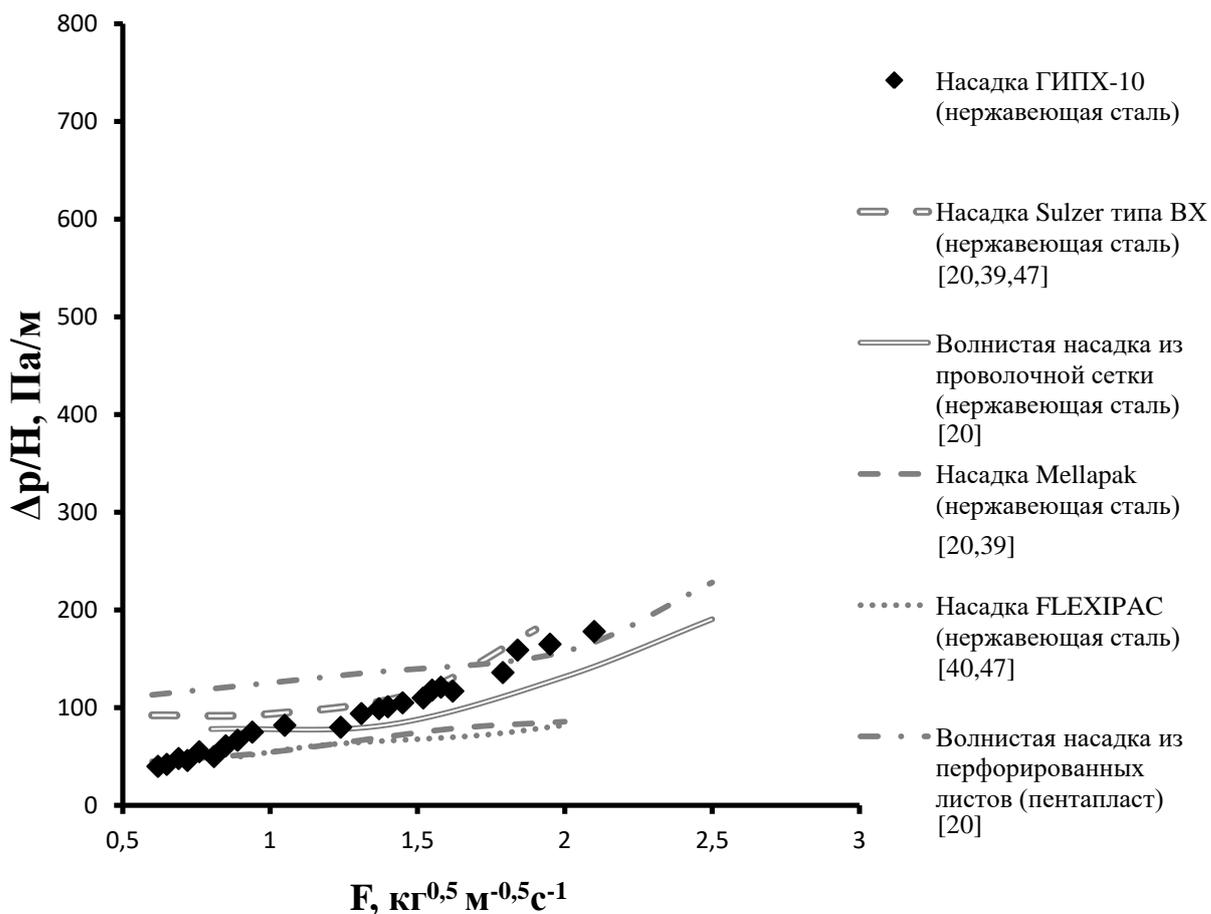


Рисунок 6.8. Зависимость гидравлического сопротивления массообменных контактных устройств от фактора нагрузки при разделении модельной смеси этилбензол-стирол.

В ходе экспериментальных исследований определена зависимость эффективности, т.е. высоты эквивалентной теоретической тарелки, регулярной насадки конструкции ГИПХ-10 от нагрузки для процесса атмосферной ректификации модельной смеси циклогексан-гептан находится

в диапазоне $0,11 \div 0,15$ м, а для процесса вакуумной ректификации смеси этилбензол-стирол – $0,1 \div 0,15$.

Измерено гидравлическое сопротивление регулярной насадки конструкции ГИПХ-10. Перепад давления сухой насадки ГИПХ-10 составляет $35 \div 118$ Па/м. Перепад давления на 1 метр высоты насадочного слоя смоченной насадки ГИПХ-10 для процесса атмосферной перегонки составляет $15 \div 65$ Па/м, вакуумной - $40 \div 180$ Па/м.

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 разработанной методики на колонных аппаратах большего диаметра.

Глава 7. Разработка рекомендаций к промышленному применению результатов исследования на основе технологии выделения метиламинов.

7.1 Описание схемы ректификации метиламинов

С целью проверки полученного расчетного метода при исследовании эффективности регулярной насадки ГИПХ-10 для проведения экспериментов принята технологическая схема разделения продуктов реакции синтеза метиламинов, полученных каталитическим аминированием метанола.

Основой технологии получения метиламинов является процесс каталитического аминирования метанола аммиаком в паровой фазе дегидрирующем на катализаторе.

Полученная смесь метиламинов разделяется методами ректификации с выделением целевого продукта диметиламина и возвратом на синтез фракций, содержащих монометиламин и триметиламин.

Требования по качеству выделяемого продукта диметиламина должны соответствовать ГОСТ 9967-74 (ДМА >99,2 мас. %, ММА <0,3 мас. %, ТМА <0,3 мас. %, вода <0,2 мас. %, аммиак-отсутствие).

Существенным препятствием при моделировании процесса производства метиламинов является наличие в исходной смеси многочисленных неразделимых азеотропов, которые не поддаются разделению традиционным методом ректификации. В практических целях при разделении смесей с близкими температурами кипения и низким коэффициентом относительной летучести применяются специализированные ректификационные методы: каскадная система колонн, работающих при различных давлениях, а также азеотропная и экстрактивная ректификация.

Применение повышенного давления и экстрактивной ректификации в технологической схеме выделения диметиламина позволяет значительно повысить эффективность процесса разделения азеотропов, что, в свою очередь, открывает новые перспективы для оптимизации производственных процессов в химической промышленности.

Более подробная информация об азеотропах метиламинов представлена в таблице 7.1. [76-77].

Таблица 7.1

Давление, МПа	Температура кипения, °С	ТМА, мас. %	ДМА, мас. %
0,10	3,0	74	26
0,73	73	28	72
2,54	смесь неазеотропна		
Давление, МПа	Температура кипения, °С	ММА, мас. %	ТМА, мас. %
0,10	- 5	30	70
1,45	36	15	85
2,55	75	8	92
>2,55	смесь неазеотропна		
Давление, МПа	Температура кипения, °С	NH ₃ , мас. %	ТМА, мас. %
0,10	-34	73	27
1,42	38-40	73	27
Давление, МПа	Температура кипения, °С	ДМА, мас. %	Метанол, мас. %
0,61	121,2	23	77

Выбор термодинамической модели равновесия пар-жидкость для исходной смеси аминов является решающим фактором точности результатов моделирования технологических процессов в химической промышленности.

В современной науке существует целый ряд термодинамических моделей, которые позволяют количественно оценить отклонения свойств реальных смесей от идеальных в зависимости от условий процесса. К таким моделям относятся UNIQUAC, VanLaar, Wilson, PengRobinson, NRTL, UNIFAC, SRK и другие [77-81]. Как показали предыдущие исследования [82,83], при моделировании процессов ректификационного разделения аминов наименьшие отклонения наблюдаются при использовании моделей UNIQUAC, NRTL и Wilson.

Для проведения расчетов схемы выделения метиламинов использовалась термодинамическая модель NRTL, параметры бинарного взаимодействия

которой заимствованы из литературных источников и частично дополнены результатами обработки опубликованных экспериментальных данных с учетом всех вышеперечисленных азеотропов. Эта модель широко применяется в химической промышленности благодаря своей точности прогнозирования равновесия жидкость-жидкость в бинарных и многокомпонентных системах, она хорошо предсказывает свойства систем разной природы, например, смесей, сильно неидеальных веществ и частично несмешивающихся систем.

На основе расчетов этой модели с помощью программного продукта ChemCAD разработана схема выделения диметиламина [62]. На рис. 7.1 показана предложенная схема выделения диметиламина из продуктов реакции синтеза метиламинов. Состав реакционной смеси приведен в таблице 7.2.

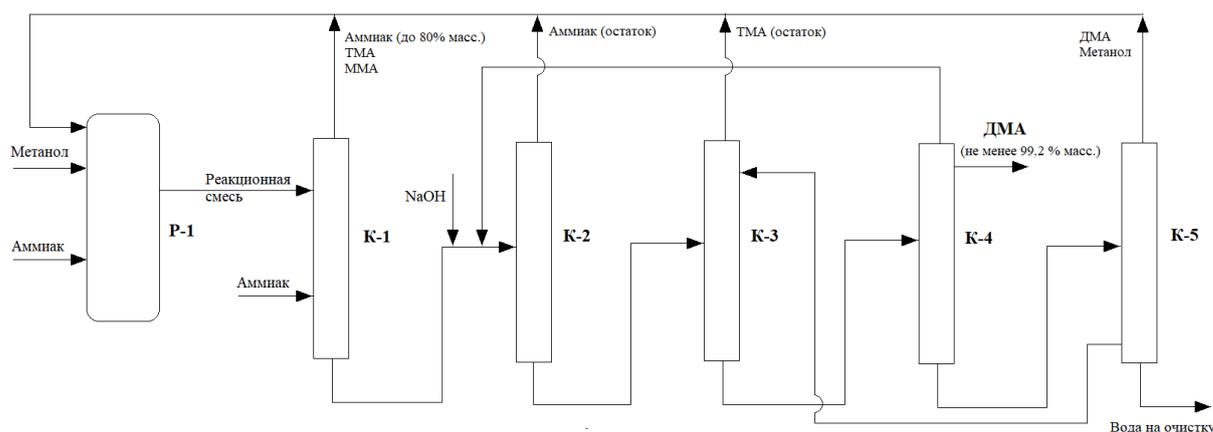


Рисунок 7.1 – Схема выделения диметиламина

Таблица 7.2

Состав	кг/ч	% масс.
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

Процесс получения ДМА включает в себя две основные стадии: стадию синтеза и стадию ректификации. В реакторном узле осуществляется синтез ДМА. В узле ректификации предусмотрена многоступенчатая очистка продукта ДМА от примесей аммиака, ТМА и ММА. На колонне К-1 происходит отгонка из реакционной смеси азеотропа аммиака с ТМА и основной массы ММА. На колонне К-2 осуществляется отгонка остаточного аммиака с аминами. На колонне К-3 методом экстрактивной ректификации с использованием воды в качестве экстрагента, поступающей с колонны К-5, осуществляется доочистка ДМА от остаточного ТМА. При этом содержание ТМА в кубовом продукте колонны К-3 не должно превышать 0,2% по массе. Целевой продукт ДМА с содержанием основного компонента не менее 99,2% по массе выделяется на колонне К-4 в виде бокового отбора. Завершает узел ректификации колонна К-5, на которой осуществляется отгонка остаточного ДМА и метанола от воды.

7.2 Расчет ВЭТТ для колонны отгонки остаточного триметиламина

В этой схеме выделения диметиламина для расчета ВЭТТ регулярной насадки ГИПХ-10 по методике расчета выбрана колонна экстрактивной ректификации К-3, предназначенная для доочистки от смеси целевого продукта, метанола и воды от остаточного ТМА (рис. 7.2). Основное требование, предъявляемое к этой колонне: содержание ТМА в кубовой жидкости колонны К-3 не должно превышать 0,2% мас. %. В колонну К-3 поступает кубовая жидкость из колонны К-2 и вода из колонны К-5, в результате разделения в верхней части колонны в виде дистиллята отделяется остаточный ТМА, а кубовая жидкость, полученная в нижней части колонны - смесь ДМА, метанола и воды поступает на дальнейшее разделение в колонну К-4.

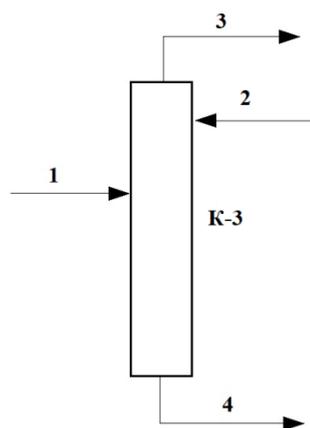


Рисунок 7.2 – Колонна экстрактивной ректификации К-3:

поток 1 – кубовая жидкость колонны К-2;

поток 2 – экстрагент (вода) из колонны К-5;

поток 3 – дистиллят (остаточный ТМА);

поток 4 – кубовая жидкость колонны К-3.

С помощью программного продукта Chemcad подобраны режимы (таблица 7.3) и рассчитан материальный баланс колонны К-3 (таблица 7.4), а также определено число теоретических тарелок, при которых в виде дистиллята отделяется остаточный ТМА.

Таблица 7.3

Режим работы колонны К-3	
Давление, МПа	0,5
Температура верхней части колонны, °С	45÷54
Температура нижней части колонны, °С	115÷125
Флегмовое число	25÷30
Число теоретических тарелок	40
Тарелка питания (сверху), т.т.	15
Тарелка подачи экстрагента (сверху), т.т.	3

Таблица 7.4

Компоненты	Состав № 1		Состав № 2	
	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
Компоненты	Состав № 3		Состав № 4	
	кг/ч	% масс.	кг/ч	% масс.
ДМА	0,22400	1,44574	632,0195	32,54056
ТМА	15,26975	98,55426	0,50000	0,02574
Метанол	0,00000	0,00000	4,67000	0,24147
Вода	0,00000	0,00000	1305,06225	67,19223
Итого:	15,49375	100,00000	1942,25175	100,00000

При расчете ВЭТТ по разработанной методике расчета использовались уравнения для определения линейной плотности орошения сетчатых регулярных насадок (уравнение 2.1); толщины жидкостной пленки (уравнение 2.2); средняя скорость стекания пленки для сетчатой регулярной насадки (уравнение 2.3); средняя скорость пара (уравнение 2.4); коэффициент диффузии в жидкости для бинарной пары компонентов смеси (уравнение 2.5); коэффициент диффузии в жидкости для бинарной пары компонентов смеси при 20°C (уравнение 2.6); коэффициент диффузии в паровой фазе для бинарной пары компонентов смеси (уравнение 2.7); плотность смеси паров (уравнение 2.9); эффективные скорости в жидкой и паровой фазах (уравнения 1.29, 1.30); критерии подобия (уравнения 1.39-1.41); коэффициент задержки жидкости (уравнения 1.36, 1.37); перепад давления на 1 метр высоты насадки при захлебывании колонны (уравнение 2.14); фактор насадки (уравнение 2.15); перепад давления по высоте слоя насадки (уравнения 1.42 - 1.44); коэффициенты массоотдачи в жидкой и паровой фазах (уравнения 1.27, 1.28); ВЭТТ (уравнение 1.26).

Дополнительно для расчета потребовались уравнения для определения физико-химических свойств многокомпонентной смеси аминов:

- молярная масса многокомпонентной смеси, г/моль[2]:

$$M_{см} = \sum X_i M_i \quad (7.1)$$

X_i - мольная доля i -ого компонента в жидкости;

M_i – молярная масса i -ого компонента в смеси, г/моль.

- вязкость многокомпонентной смеси паров, Па·с [2]:

$$\mu_G = \frac{M_{см}}{\sum \frac{Y_i \cdot M_i}{\mu_i}} \quad (7.2)$$

μ_i - вязкость пара i -ого компонента в смеси, Па·с;

Y_i - мольная (объемная) доля i -ого компонента в паре.

- плотность жидкости многокомпонентной смеси, кг/м³ [2]:

$$\rho_L = \sum \frac{1}{\frac{x_i}{\rho_i}} \quad (7.3)$$

ρ_i - плотность i -ого компонента в смеси, кг/м³;

x_i - массовая доля i -ого компонента в жидкости.

- вязкость жидкости многокомпонентной смеси Па·с [2]:

$$\lg \mu_L = \sum X_i \lg \mu_i \quad (7.4)$$

μ_i - вязкость жидкости i -ого компонента в смеси, Па·с;

- поверхностное натяжение для многокомпонентной смеси, Н/м [84]:

$$\sigma_{см} = \sum X_i \sigma_i \quad (7.5)$$

σ_i - поверхностное натяжение i -ого компонента в смеси, Н/м;

- коэффициент диффузии в жидкости для многокомпонентной смеси [84]:

$$D'_L = \left(\sum \frac{X_j}{D_{ij}} \right)^{-1} \quad (7.6)$$

D_{ij} – бинарный коэффициент диффузии в жидкой фазе, м²/с, (уравнения 2.5-2.6);

X_j - мольная доля в j -ого компонента в жидкости.

- коэффициент диффузии в паровой фазе для многокомпонентной смеси [85]:

$$D'_G = \frac{1}{\sum \frac{Y_j}{\bar{D}_{ij}}} \quad (7.7)$$

\bar{D}_{ij} – бинарный коэффициент диффузии в паровой фазе, м²/с, (уравнение 2.7);

Y_j - мольная доля в j - ого компонента в паре.

Рассчитанная по методике величина ВЭТТ при ректификации многокомпонентной смеси для сетчатой регулярной насадки ГИПХ-10 составляет 0,14 м, при этом высота насадочной части составляет 6 м, с учетом коэффициента запаса 1,2. Физико-химические свойства дистиллята колонны К-3 представлены в таблице 7.5. Результаты расчета ВЭТТ представлены в таблице 7.6. Диаметр колонны рассчитан исходя из зависимостей определения скорости захлебывания колонны (уравнения 6.2-6.7).

Таблица 7.5

Плотность жидкости ρ_L , кг/м ³	Плотность пара ρ_G , кг/м ³	Вязкость жидкости μ_L , Па·с	Вязкость пара μ_G , Па·с	Поверхностное натяжение жидкости $\sigma_{см}$, Н/м	Коэффициент массоотдачи жидкой фазы, K_L , м/с	Коэффициент массоотдачи паровой фазы, K_G , м/с	Коэффициент диффузии жидкости D'_L , м ² /с	Коэффициент диффузии пара D'_G , м ² /с
596,48	12,24	$1,414 \cdot 10^{-4}$	$8,97 \cdot 10^{-6}$	0,0106	0,0334	0,0014	$2,62 \cdot 10^{-5}$	$1,63 \cdot 10^{-7}$

Таблица 7.6

Диаметр, м	0,4
Фактор нагрузки, кг ^{0,5} м ^{-0,5} с ^{-1,0}	1,12
ВЭТТ, м	0,14
Высота насадочной части, м	6

7.3 Экспериментальная проверка полученных расчетов

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

Лабораторная многоцелевая установка включает в себя ректификационную колонну диаметром 40 мм. В колонну помещены пакеты регулярной насадки ГИПХ-10. Высота насадочного слоя составляет 2 м. Для того, чтобы обеспечить высоту (6 м) необходимую для отделения в виде дистиллята остаточного ТМА процесс ректификации проводился при абсолютном давлении 0,5 МПа в периодическом режиме в три этапа. На первом этапе на высоте 2 м в виде дистиллята отделяется первая фракция - часть остаточного ТМА при режимных параметрах процесса, приведенных в таблице 7.3. Дистиллят отбирается в сборник за время, необходимое для обеспечения отбора первой фракции. Аналогичным образом отбираются следующие две фракции. Для обеспечения достоверности полученных результатов проводилось два опыта. Результаты лабораторных исследований показали, что в обоих опытах отделение остаточного ТМА от смеси ДМА, воды и метанола на лабораторной колонне исходя из рассчитанных параметров процесса и ВЭТТ по методике расчета возможно, при этом содержание ТМА в кубе колонны не превышает 0,2 мас. %.

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.

Результаты экспериментальных данных представлены в таблице 7.7.

Таблица 7.7

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

Полученные экспериментальные результаты показали (таблица 7.7), что при проведении процесса ректификации аминов на колонне К-3 в лабораторных и промышленных условиях содержание ТМА в кубе этой колонны не превышает 0,2 мас. %, что допустимо, а расчетные значения ВЭТТ отличаются от экспериментальных величин не более чем на 21,5%.

На основании проведенного анализа и полученных результатов, можно заключить, что разработанная методика расчета ректификационных колонн, оснащенных насадкой ГИПХ-10, успешно адаптируется и применима для расчета высоты эквивалентной теоретической тарелки (ВЭТТ) при проектировании промышленных аппаратов различных диаметров и при ректификации смесей различной природы. Это означает, что можно применять эту методику для более точной оценки эффективности ректификационного оборудования, что, в свою очередь, позволит оптимизировать процессы разделения и повысить их производительность.

Заключение

Разработана новая конструкция насадки типа ГИПХ с минимально возможным шагом рифления – ГИПХ-10; определены основные геометрические характеристики модифицированной насадки.

Разработана методика расчета определения высоты эквивалентной теоретической тарелки (ВЭТТ) для определения эффективности работы ректификационных колонн, оснащенных сетчатой регулярной насадкой модифицированной конструкции ГИПХ-10. Экспериментально подтверждена адекватность разработанной методики; полученные в ходе расчетов значения ВЭТТ отличаются от экспериментальных величин не более чем на 16%.

Экспериментально подтверждено хорошее смачивание и снижение краевых эффектов при растекании жидкости, что объясняется геометрическими характеристиками профилей насадки. Разработаны и обоснованы рекомендации по установке перераспределительных 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 $3\div 7 \cdot D$.

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. Его величина в 2,7 раз ниже регулярных насадок с косоугольным рифлением, и в 12,5 раз ниже насыпных насадок.

Разработана технологическая схема ректификационного выделения диметиламина из реакционных продуктов. Выданы рекомендации по проектированию 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%.

Литература

1. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии, – М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1960. – 832 с.
2. Павлов К.Ф. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии/К.Ф. Павлов, П.Г. Романков, А.А. Носков,– Л.: Химия, 1976. – 552 с.
3. Кафаров В.В. Основы массопередачи: Учебник для студентов вузов. – М.: Высшая школа, 1979. – 439 с.
4. Основные процессы и аппараты химической технологии: Пособие по проектированию/ Г.С. Борисов, В.П. Брыков, Ю.И. Дытнерский и др. Под ред. Ю.И. Дытнерского, 2-е изд., перераб. и дополн. М.: Химия, 1991. – 496 с.
5. Плановский А.Н. Процессы и аппараты химической технологии/А.Н. Плановский, В. Рамм, С.З. Каган,– М.: Химия, 1967. – 848 с.
6. Рамм В.М. Абсорбция газов. – М.: Химия, 1976. – 656 с.
7. Адельсон С.В. Процессы и аппараты нефтепереработки и нефтехимии. – М.: Государственное научно-техническое издательство нефтяной и горно-топливной литературы, 1963. – 311 с.
8. Азингер Ф. Химия и технология парафиновых углеводородов. – М.: Государственное научно-техническое издательство нефтяной и горно-топливной литературы, 1959. – 624 с.
9. Гельперин Н.И. Основные процессы и аппараты химической технологии. В двух книгах. – М.: Химия, 1981. – 812 с.
10. Скобло А.И. Процессы и аппараты нефтегазопереработки и нефтехимии: Учебник для вузов/А.И. Скобло, Ю.К. Молоканов, А.И. Владимиров, В.А. Щелкунов,– М.: РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина, 2012. – 725 с.
11. Стабников В.Н. Перегонка и ректификация этилового спирта. – М.: Пищевая промышленность, 1969. – 456 с.

12. Владимиров А.И. Основные процессы и аппараты нефтегазопереработки: Учеб. пособие для вузов/А.И. Владимиров, В.А. Щелкунов, С.А. Круглов, – М.: Недра-Бизнесцентр, 2002. – 227 с.
13. Справочник нефтехимика. В двух томах. Т.1/ Под ред. С.К. Огородникова. – Л.: Химия, 1978. – 496 с.
14. Гуревич И. Л. Технология переработки нефти и газа. Часть первая. – М.: Химия, 1972. – 360 с.
15. Мановян А.К. Технология первичной переработки нефти и природного газа. Учебное пособие для вузов. 2-е изд. – М.: Химия, 2001. – 568 с.
16. Фролов В.Ф. Лекции по курсу «Процессы и аппараты химической технологии». – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2003. – 608 с.
17. Сокол Б. А., Чернышев А. К., Баранов Д. А. Насадки массообменных колонн / под ред. Д. А. Баранова. М.: Инфохим, 2009. – 358 с.
18. Леонтьев В.С. Современные насадочные колонны: особенности конструктивного оформления / В.С. Леонтьев, С.И. Сидоров // Химическая промышленность. – 2005. – № 7. – С. 347-356.
19. Леонтьев В. С. Инновации в области разработки высокоинтенсивных массообменных устройств для модернизации ректификационных комплексов / В. С. Леонтьев // Нефтегазовое дело. – 2012. – № 1. – С. 178-186.
20. Стыщенко А. В. Исследование гидродинамических и массообменных характеристик вакуум-ректификационных колонн с регулярными насадками: дис. ... канд. техн. наук. Ленинград, 1982. 224 с.
21. Sulzer Chemtech. Structured packing. Energy-efficient, innovative and profitable, 2020.– Режим доступа: https://www.sulzer.com/-/media/files/products/separation-technology/distillation-and-absorption/brochures/structured_packings.ashx
22. Контактные насадки промышленных теплообменных аппаратов: монография / А. М. Каган, А. Г. Лаптев, А. С. Пушнов, М. И. Фарахов;

- под ред. А. Г. Лаптева ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Казан. гос. энергет. ун-т [и др.]. - Казань: Отечество, 2013. – 454 с.
23. Китаин Ю.В. Насадки массообменных колонн для систем газ-жидкость/ Ю.В. Китаин, В.Я. Филин, – М.: ЦИНТИХИМНЕФТЕМАШ, 1980. — 29 с.
24. Гладильщикова С.В. Насадки массообменных аппаратов для нефтепереработки и нефтехимии/ С.В. Гладильщикова, В.А. Щелкунов, С.А. Круглов, Ю.К. Молоканов, – М.: ЦИНТИХИМНЕФТЕМАШ, 1983. – 49 с.
25. Магомедбеков Э.П. Высокоэффективные контактные устройства для разделения изотопов водорода методом ректификации воды/ Э.П. Магомедбеков, Д.Ю. Белкин, И.Л. Растунова, И.Л. Селиваненко // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами INISM-16: Сб. тез. докл. 11 Междунар. конф. - Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ., 2016. - С. 223 – 238.
26. Сумченко А.С. Исследование эффективности массообмена на алюминиевой спирально-призматической насадке / А.С. Сумченко, А.Н. Букин, С.А. Марунич // Успехи в химии и химической технологии. 2014. Т. 28. № 9 (158). С. 13-15.
27. Жаворонков Н.М. Исследование эффективности лабораторных ректификационных колонн со спирально-призматической насадкой / Н.М. Жаворонков, В.А. Лотхов, В.А. Малюсов// Химическая промышленность. – 1966. – №10. – С. 57-62.
28. Каган А. М., Пушнов А. С., Рябушенко А. С. Насадочные контактные устройства // Химическая технология. 2007. Т.8. № 5. – С. 232-240.
29. Гидродинамика насадочных аппаратов: метод. указ. / сост. С. В. Иваняков, С. Б. Коньгин. – Самара; Самар. гос. техн. ун-т, 2008. – 44 с.
30. Музафарова А. Р., Емельянычева Е. А. Классификация, основные требования и конструктивные особенности современных насадочных

- контактных устройств. Вестник технологического университета, 2016, т. 19, № 2, С. 63–67.
31. Справочник по физической химии полимеров под ред. Липатов Ю.С. К.: Научная Мысль. – 1984. Том 2. – 330 с.
 32. Зимон А.Д. Адгезия жидкости и смачивание. – М.: Химия, 1974. – 413 с.
 33. Амелин Л. Н. Характеристика промышленных насадок для ректификации термически нестойких веществ: Экономика и опыт пуска производств азотных удобрений и продуктов органического синтеза в СССР и за рубежом / Л. Н. Амелин, А. М. Кашников, О. П. Титкова. – М.: НИИТЭХим, 1972. - 14 с.
 34. Жаворонков Н.М. Гидравлические основы скрубберного процесса и теплопередачи в скрубберах. – М.: Сов наука, 1944. – 224 с.
 35. Фарахов Т.М., Башаров М.М., Шигапов И.М. Гидравлические характеристики новых высокоэффективных нерегулярных тепломассообменных насадок// Нефтегазовое дело. 2011. № 2. – С. 192-207.
 36. Фарахов М.М., Фарахов Т.М., Лаптев А.Г. Гидравлические характеристики хаотичной насадки «Инжехим» для контакта газа и жидкости// Фундаментальные исследования. 2018. № 3. – С. 24-28.
 37. Железняк А.С., Левин А.И. Влияние некоторых конструктивных факторов на эффективность лабораторных колонок со спирально-призматической насадкой//ВНИИНЕФТЕХИМ. 1960. С.147-155
 38. De Brito H.M., von Stockar U., Bomio P. Predicting the liquid phase mass transfer coefficient k_L for the Sulzer structured packing Mellapak. In: Distillation and absorption. Institute of Chemical Engineering Symposium Series. 1992. vol. 92(128), pp. 137–144.
 39. Sulzer Chemtech. Structured packing. Energy-efficient, innovative and profitable, 2020.
 40. Koch-Glitsch. Structured packing, 2015.– Режим доступа: <https://koch-glitsch.com/technical-documents/brochures/structured-packing-brochure>

41. Vogel G. H. Process development. From the initial idea to the chemical production plant, Wiley, New York, 2005. – 472 p.
42. Armstrong L.M., Gu S., Luo K.H. Dry pressure drop prediction within Montzpak B1-250.45 packing with varied inclination angles and geometries. Ind. Eng. Chem. Res. 2013. vol. 52 (11), pp. 4372-4378.
43. Дьяконов С.Г. Гидравлические и массообменные характеристики рулонной насадки / С.Г. Дьяконов, В.В. Елизаров, М.И. Фарахов// Химия и химическая технология. – 2003. – т. 46. – № 5. – С. 143-147.
44. Harry A. Kooijman, Ross Taylor. The ChemSep Book Second Edition. New York: Clarkson University, 2006. – 324 p.
45. J.L. Bravo, J.A. Rocha, J.R. Fair, Mass Transfer in Gauze Packings, Hydrocarbon Processing, January (1985) pp. 91–95.
46. J.L. Bravo, J.A. Rocha, J.R. Fair, Pressure Drop in Structured Packings, Hydrocarbon Processing, March (1986) pp. 45–48.
47. J.L. Bravo, J.A. Rocha, J.R. Fair, A Comprehensive Model for the Performance of Columns Containing Structured Packings, I. ChemE. Symp. Ser., No. 128 (1992) pp.
48. J.J.Gualito, F.J. Cerino, J.C. Cardenas and J.A.Rocha. Design Method for Distillation Columns Filled with Metallic, Ceramic, or Plastic Structured Packings, Ind. Eng. Chem. Res., 1997, 36 (5), pp 1747 - 757.
49. M. G. Shi, and A. Mersmann, Effective interfacial area in packed columns. Ger. Chem. Eng. 1985, 8, 87.
50. Stichlmair J., J. L. Bravo, and J. R. Fair. “General Model for Prediction of Pressure Drop and Capacity of Countercurrent Gas/liquid Packed Columns.” Gas Separation & Purification 3, no. 1 (March 1989): 19-28.
51. Fair J.R., Bravo, J.L. Distillation columns containing structured packings. Chem. Eng. Prog. 1990. vol. 86, pp. 19–29.
52. Храпкина М.Н. Практикум по органическому синтезу, – Л.: Химия, 1977. – 320 с.

53. Лебедев Н.Н. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза. 3-е изд. перераб. – М.: Химия, 1981. – 608 с.
54. Вейлас С. Химическая кинетика и расчеты промышленных реакторов/ Под. ред. П.А. Семенова – М.: Химия, 1964. – 432 с.
55. Деревягина И.Д. Газохроматографическое определение массовых концентраций метиламина и триметиламина в водном растворе диметиламина/ И.Д. Деревягина, О.Т. Морозова, И.Н. Станьков// Химия и технология органических веществ. – 2018. –№ 1(5). – С. 35-45.
56. Хабилова Э.Э. Стратегический анализ отрасли и компании ООО «Газпром Нефтехим Салават», Инновационная наука. – 2019.– № 11. – С. 80-81.
57. Ульянов Б.А. Моделирование процесса ректификации метиламинов/ Б.А., Ульянов, И.А. Семенов, Д.А. Дубровский// Современные технологии и научно-технический прогресс. – 2020. –Т.1. – №7. – С. 69-70.
58. Дубровский Д.А. Опыт модернизации стадии ректификации метиламинов в АО «АНХК»/ Д.А. Дубровский, Кузора И.Е., Кривых Д.В. и др.//Нефтепереработка и нефтехимия. Научно-технические достижения и передовой опыт. – 2020.– №11. – С. 20-25.
59. Дубровский Д.А. Энергосбережение в процессе ректификации аминов / Д.А. Дубровский, Б.А. Ульянов, П.С. Максиков // Нефтепереработка и нефтехимия. Научно-технические достижения и передовой опыт. — 2008. — №7.-С. 28-31.
60. Дубровский Д.А. Снижение энергопотребления на ректификацию аминов за счет использования вторичных тепловых ресурсов / Д.А. Дубровский, Б.А. Ульянов, И.А. Семёнов // Сборник научных трудов Ангарской государственной технической академии. - 2006. - № 1. - С. 28-34.
61. Дубровский Д.А. Создание математической модели производства метиламинов / Д.А. Дубровский, Б.А. Ульянов, И.А. Семёнов // Математические методы в технике и технологиях (ММТТ-26): сб. трудов

- XXVI Междунар. науч. конф.: в 2-х ч. Ч. 1. / Под общ. ред. А.А. Большакова. - Ангарск: Ангарск, гос. технолог, акад.; Иркутск: Иркут. гос. ун-т, 2013. - С. 29-31.
62. 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. Ромашенкова, Н.Г. Зубрицкая, М.З. Вдовец, А.В. Масликов, А.М. Чебышева, заявитель АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)»
63. 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.
64. J. A. Rocha, J. L. Bravo, and J. R. Fair, Distillation columns containing structured packings: a comprehensive model for their performance. 2. mass-transfer models, Ind Eng Chem Res, vol.35, p.1660, 1996.
65. Bennett D. L. Optimize Distillation Columns, 2000, no 96(5), pp. 19-34.
66. ГОСТ 3826-82 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия/ Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации. – М.: Издательство стандартов, 2003. – 8 с.
67. Крель Э. Руководство по лабораторной перегонке – Пер. с нем./Под ред. В.М. Олевского – М.: Химия, 1980. – 520 с.
68. Кемпбел Д.М. Очистка и переработка природных газов – Пер. с англ./Под ред. С.Ф. Гудкова – М.: Недра, 1977. – 349 с.
69. Meier W., and M. Huber, "Measurements of the Number of Theoretical Plates in Packed Columns with Artificial Maldistribution," I. Chem. E. Symp. Ser. 32, 1969, p. 431.
70. Meier W., and M. Huber, "Methode zum Messen der Maldistribution in Füllkörperkolonnen," Chem. Ing. Tech. 39, 1967, p. 797.
71. Kolmetz Handbook Of Process Equipment Design Distillation Column Packing Hydraulics Selection, Sizing And Troubleshooting, 2011, p. 68.

72. J. F. Billingham, M. J. Lockett. Development of a new generation of structured packings for distillation / J. F. Billingham, M. J. Lockett // *Chemical Engineering Research and Design*. — 1999. — Vol. 77, № 7, P. 583-587.
73. M. Lockett. Flooding of rotating structured packing and its application to conventional packed-columns / M. Lockett // *Chemical Engineering Research and Design*. — 1995. — Vol. 73, P. 379-384.
74. Yildirim Ö., Flechsig S., Brinkmann U., Kenig, E.Y. Application of the Wallis plot for the determination of the loading limits of structured packings and sandwich packings. In: *Chemical Engineering Transactions*. 2015. vol. 45, pp. 1165-1170.
75. Schultes M. (2003). Raschig super-ring. A new fourth generation packing offers new advantages . *Tans ICheme*, Vol 81, Part A.
76. Азеотропные смеси: Справочник / С. К. Огородников, Т. М. Лестева, В. Б. Коган; под ред. В. Б. Когана. - Л. : Химия. Ленингр. отд., 1971. - 1406 с.
77. Гольдштейн Р. Химическая переработка нефти / Р. Гольдштейн, пер. с англ. Н.С. Дабагова, под ред. В.И. Исагулянца. - М.: Издательство иностранной литературы, 1952.- 399 с.
78. Anton A. K. *Advanced Distillation Technologies: Design, Control and Applications*. Wiley, 2013. 416 p.
79. Kayode Coker A. *Petroleum Refining Design and Applications Handbook*, Volume 1. Wiley, 2018. 654 p.
80. Kayode Coker A. *Petroleum Refining Design and Applications Handbook*, Volume 3. Wiley, 2022. 1216 p.
81. Nitsche M., Gbadamosi R. *Practical Column Design Guide*. Springer International Publishing, 2017. 397 p.
82. Дубровский Д.А., Семенов И.А., Ульянов Б.А. Экстрактивная ректификация метиламинов // *Вестник Ангарской государственной технической академии*. 2011. № 1. С. 81-82.

83. Дубровский Д.А., Ульянов Б.А. Разработка математической модели процесса разделения метиламинов // Современные технологии и научно-технический прогресс. 2008. № 1. С. 23-23.
84. Справочник по теплообменникам: В 2-х т. Т.2 / Пер. с англ. под ред. О.Г. Мартыненко и др. – М.: Энергоатомиздат, 1987. – 352 с.
85. Ефимов А.В. Метод расчета коэффициентов диффузии при конденсации водяного пара из продуктов сгорания газообразного топлива в теплоутилизационных аппаратах котельных установок / А.В. Ефимов, Л.В. Гончаренко, А.Л. Гончаренко // Тепловая энергетика. НТУ «Харьковский политехнический институт». – 2009. – № 3. – С. 18-21.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Расчет каждого опыта начинался с определения физико-химических свойств модельных смесей. Для примера приведен расчет смеси циклогексан – гептан на колонне диаметром 50 мм опыт №10 (таблица 6.1).

Параметры колонны:

Диаметр колонны $D = 0,05$ м.

Параметры насадки ГИПХ-10:

Шаг гофрирования насадки $T_g = 0,007$ м

Удельная поверхность насадки $a_p = 1000$ м²/м³;

Высота гофра насадки $h_g = 0,00245$ м = 0,0965 дюйм;

Сторона канала насадки $S_g = 0,004275$ м;

Гидравлический диаметр канала насадки $d_k = 0,0035$ м;

Толщина сетки насадки $\delta_c = 0,00025$ м;

Угол движения потока в элементах насадки $\theta = 45$ град;

Доля свободного объема насадки ГИПХ-10 $\varepsilon = 0,88$ м³/м³.

Данные, полученные путем проведения опыта:

Давление $p = 101325$ Па;

Объем флегмы $V = 0,00022$ м³;

Время, за которое отбирается флегма $\tau = 45$ с;

Компонент А – циклогексан;

Компонент В – гептан;

Массовая доля компонента А в исходной смеси $x_{\text{Аисх}} = 0,0667$ масс долей;

Массовая доля компонента А в флегме $x_A = 0,8134$ масс долей;

Температура флегмы $t = 82,5$ °С;

Средняя температура в колонне $t_{\text{ср}} = 88,25$ °С;

Угол наклона линии равновесия $\alpha = 41$ град.

Справочные данные:

Коэффициенты Антуана для компонента А (циклогексан)¹:

$$A = 6,88938$$

$$B = 1200,8256$$

$$C = 218,815$$

Коэффициенты Антуана для компонента В (гептан)¹:

$$A = 7,0467$$

$$B = 1341,8887$$

$$C = 223,733$$

Молярная масса компонента А² – $M_A = 84,16$ г/моль;

Молярная масса компонента В² – $M_B = 100,21$ г/моль;

Вязкость пара компонента А при температур верха колонны³

$$\mu_A = 8,353 \cdot 10^{-6} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

Вязкость пара компонента В при температуре верха колонны³

$$\mu_B = 6,817 \cdot 10^{-6} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

Плотность компонента А при температуре флегмы² $\rho_A = 717,3$ кг/м³;

Плотность компонента В при температуре флегмы² $\rho_B = 627,85$ кг/м³;

Вязкость жидкости компонента А при температуре флегмы⁴

$$\mu_A = 3,925 \cdot 10^{-4} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

Вязкость жидкости компонента В при температуре верха колонны⁴

$$\mu_B = 2,328 \cdot 10^{-4} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

¹ The Yaws Handbook of Vapor Pressure. Antoine Coefficients. Chapter 1 - Vapor Pressure – Organic Compounds. Kidlington, Oxford: Gulf Professional Publishing, 2015. 327 p.

² Бобылев В.Н. Физические свойства наиболее известных химических веществ: Справочное пособие / В.Н. Бобылев. – М.: РХТУ, 2003. –24 с.

³ Варгафтик Н.Б. Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей / Н.Б. Варгафтик. – М.: Наука, 1972. - 721 с.

⁴ Шадрина Е.М. Определение теплофизических свойств газов, жидкостей и водных растворов веществ / Е.М. Шадрина, Г.В. Волкова. – Иваново: Ивановский государственный химико – технологический университет, 2009. – 80с.

Поверхностное натяжение компонента А при температуре флегмы²

$$\sigma_A = 1,745 \cdot 10^{-2} \text{ Н/м};$$

Поверхностное натяжение компонента В при температуре флегмы²

$$\sigma_B = 1,413 \cdot 10^{-2} \text{ Н/м};$$

Вязкость жидкости компонента А при температуре 20 °С²

$$\mu_{A20} = 9,79 \cdot 10^{-4} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

Вязкость жидкости компонента В при температуре 20 °С²

$$\mu_{B20} = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ Па}\cdot\text{с};$$

Плотность компонента А при температуре 20 °С² $\rho_{A20} = 778,6 \text{ кг/м}^3$;

Плотность компонента В при температуре 20 °С² $\rho_{B20} = 683,8 \text{ кг/м}^3$;

Мольный объем компонента А⁵ – $v_A = 133,2 \text{ см}^3/\text{моль}$;

Мольный объем компонента В⁵ – $v_B = 162,8000 \text{ см}^3/\text{моль}$;

Ускорение свободного падения $g = 9,81 \text{ м/с}^2$.

Расчет физико-химических свойств бинарной смеси

Давление паров компонентов смеси:

$$\log_{10} P_A = A - \frac{B}{t + C} \Rightarrow P_A = 10^{(A - \frac{B}{t+C})} = 10^{(6,88938 - \frac{1200,8256}{82,5 + 218,815})} =$$
$$= 801,857 \text{ (мм рт. ст.)}$$

$$\log_{10} P_B = A - \frac{B}{t + C} \Rightarrow P_B = 10^{(A - \frac{B}{t+C})} = 10^{(7,0467 - \frac{1341,8887}{82,5 + 223,733})} =$$
$$= 462,146 \text{ (мм рт. ст.)}$$

P_A, P_B – давление паров компонентов А и В соответственно, мм.рт.ст.;

А, В, С – коэффициенты Антуана.

Относительная летучесть:

$$\alpha = \frac{P_A}{P_B} = \frac{801,857}{462,146} = 1,74$$

⁵ Рамм В.М. Абсорбция газов. – М.: Химия, 1976. – 656 с.

Мольная доля компонента А в флегме:

$$X_A = \frac{\frac{x_A}{M_A}}{\left(\frac{x_A}{M_A} + \frac{1-x_A}{M_B}\right)} = \frac{\frac{0,8134}{84,16}}{\left(\frac{0,8134}{84,16} + \frac{1-0,8134}{100,21}\right)} = 0,8385 \text{ (мол. долей)}$$

Мольная (объемная) доля компонента А в паре:

$$Y_A = \frac{\alpha \cdot X_A}{1 + (\alpha - 1) \cdot X_A} = \frac{1,74 \cdot 0,8385}{1 + (1,74 - 1) \cdot 0,8385} = 0,9001 \text{ (мол. долей)}$$

Мольная доля компонента А в исходной смеси:

$$X_{\text{исх}} = \frac{\frac{x_{\text{исх}}}{M_A}}{\left(\frac{x_{\text{исх}}}{M_A} + \frac{1-x_{\text{исх}}}{M_B}\right)} = \frac{\frac{0,0667}{84,16}}{\left(\frac{0,0667}{84,16} + \frac{1-0,0667}{100,21}\right)} = 0,0784 \text{ (мол. долей)}$$

Молярная масса двухкомпонентной смеси:

$$M_{\text{см}} = X_A M_A + (1 - X_A) M_B = 0,8385 \cdot 84,16 + (1 - 0,8385) \cdot 100,21 = 86,75 \text{ (г/моль)}$$

Плотность смеси паров при температуре флегмы:

$$\rho_G = \frac{p \cdot M_{\text{см}}}{R \cdot (t + 273)} = \frac{101325 \cdot 86,75 \cdot 10^{-3}}{8,31(82,5 + 273)} = 2,98 \text{ (кг/м}^3\text{)}$$

$R = 8,31$ – газовая постоянная, Дж/(моль·К);

Вязкость смеси паров при температуре флегмы:

$$\mu_G = \frac{M_{\text{см}}}{\frac{Y_A \cdot M_A}{\mu_A} + \frac{(1 - Y_A) \cdot M_B}{\mu_B}} = \frac{86,75}{\frac{0,9001 \cdot 84,16}{8,353 \cdot 10^{-6}} + \frac{(1 - 0,9001) \cdot 100,21}{6,817 \cdot 10^{-6}}} = 8,233 \cdot 10^{-6} \text{ (Па} \cdot \text{с)}$$

Плотность жидкости смеси при температуре флегмы:

$$\rho_L = \frac{1}{\frac{x_A}{\rho_A} + \frac{1-x_A}{\rho_B}} = \frac{1}{\frac{0,8134}{717,3} + \frac{1-0,8134}{627,85}} = 698,72 \text{ (кг/м}^3\text{)}$$

Вязкость жидкости смеси при температуре флегмы:

$$\lg \mu_L = X_A \lg \mu_1 + (1 - X_A) \lg \mu_2$$

$$\mu_L = 10^{(X_A \lg \mu_1 + (1 - X_A) \lg \mu_2)} = 10^{(0,8385 \cdot \lg 3,925 \cdot 10^{-4} + (1 - 0,8385) \cdot \lg 2,328 \cdot 10^{-4})} = 3,607 \cdot 10^{-4} \text{ (Па} \cdot \text{с)}$$

Поверхностное натяжение для двухкомпонентной смеси [3]:

$$\sigma = \frac{\sigma_A \cdot \sigma_B}{\sigma_A \cdot X_A + \sigma_B \cdot (1 - X_A)} = \frac{1,745 \cdot 10^{-2} \cdot 1,413 \cdot 10^{-2}}{1,745 \cdot 10^{-2} \cdot 0,8385 + 1,413 \cdot 10^{-2} \cdot (1 - 0,8385)} = 1,46 \cdot 10^{-2} \text{ (Н/м)}$$

Вязкость жидкости смеси при температуре 20°C [2]:

$$\mu_{L20} = 10^{(X_A \lg \mu_1 + (1 - X_A) \lg \mu_2)} = 10^{(0,8385 \cdot \lg 9,79 \cdot 10^{-4} + (1 - 0,8385) \cdot \lg 4,17 \cdot 10^{-4})} = 8,529 \cdot 10^{-4} \text{ (Па} \cdot \text{с)} = 0,8529 \text{ (мПа} \cdot \text{с)}$$

Плотность жидкости смеси при температуре 20°C:

$$\rho_{L20} = \frac{1}{\frac{x_A}{\rho_{A20}} + \frac{1 - x_A}{\rho_{B20}}} = \frac{1}{\frac{0,8134}{778,6} + \frac{1 - 0,8134}{683,8}} = 758,97 \text{ (кг/м}^3\text{)}$$

Коэффициент диффузии в жидкости при температуре 20°C:

$$D_{x20} = \frac{10^{-6} \sqrt{\frac{1}{M_A} + \frac{1}{M_B}}}{A \cdot B \cdot \sqrt{\mu_{L20}} \left(v_A^{\frac{1}{3}} + v_B^{\frac{1}{3}} \right)^2} = \frac{10^{-6} \sqrt{\frac{1}{84,16} + \frac{1}{100,21}}}{1 \cdot 1 \cdot \sqrt{0,8529} \cdot \left(133,2^{\frac{1}{3}} + 162,8^{\frac{1}{3}} \right)^2} = 1,43 \cdot 10^{-9} \text{ (м}^2\text{/с)}$$

A, B – коэффициенты, зависящие от свойств растворенного вещества и растворителя; A = B = 1⁶.

Температурный коэффициент:

$$b = \frac{0,2 \sqrt{\mu_{L20}}}{\sqrt[3]{\rho_{L20}}} = \frac{0,2 \sqrt{0,8529}}{\sqrt[3]{758,97}} = 0,0202$$

Коэффициент диффузии в жидкости при средней температуре в колонне:

$$D_L = D_{x20} \cdot [1 + b \cdot (t_{cp} - 20)] = 1,43 \cdot 10^{-9} \cdot [1 + 0,0202 \cdot (88,25 - 20)] = 3,42 \cdot 10^{-9} \text{ (м}^2\text{/с)}$$

Коэффициент диффузии в паре при средней температуре в колонне:

⁶ Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии, – М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1960. – 832 с.

$$\begin{aligned}
 D_G &= \frac{4,22 \cdot 10^{-2} \cdot T^{3/2}}{P \left(v_A^{\frac{1}{3}} + v_B^{\frac{1}{3}} \right)^2} \sqrt{\frac{1}{M_A} + \frac{1}{M_B}} = \\
 &= \frac{4,22 \cdot 10^{-2} \cdot (88,25 + 273)^{3/2}}{P \left(133,2^{\frac{1}{3}} + 162,8^{\frac{1}{3}} \right)^2} \sqrt{\frac{1}{84,16} + \frac{1}{100,21}} = \\
 &= 3,79 \cdot 10^{-6} \text{ (м}^2\text{/с)}
 \end{aligned}$$

Расчет гидродинамических и массообменных параметров

Масса флегмы:

$$M = V \cdot \rho_L = 0,00022 \cdot 698,72 = 0,1537 \text{ (кг)}$$

Расход пара в условиях равновесия равен расходу флегмы:

$$G = L = \frac{M}{\tau} = \frac{0,1537}{45} = 0,00342 \text{ (кг/с)}$$

Линейная плотность орошения:

$$\begin{aligned}
 \Gamma &= \frac{L \cdot (d_k + 2\delta_c)}{1,23 \cdot D^2 (1,5 \cdot \cos\theta - \cos^{0,5}\theta + 1,5)} = \\
 &= \frac{0,00342 \cdot (0,0035 + 2 \cdot 0,00025)}{1,23 \cdot 0,05^2 (1,5 \cdot \cos 45 - \cos^{0,5} 45 + 1,5)} = 0,0028 \text{ (кг/(м} \cdot \text{с))}
 \end{aligned}$$

Толщина жидкостной пленки:

$$\begin{aligned}
 \delta_{пл} &= 1,676 \sqrt[3]{\frac{\Gamma \cdot \mu_L}{\rho_L^2 \cdot g \cdot \sqrt{1,46 \cdot \cos^2\theta + 1}}} = \\
 &= 1,676 \sqrt[3]{\frac{0,0028 \cdot 3,607 \cdot 10^{-4}}{698,72^2 \cdot 9,81 \cdot \sqrt{1,46 \cdot \cos^2 45 + 1}}} = 0,9 \cdot 10^{-4} \text{ (м)}
 \end{aligned}$$

Средняя скорость стекания пленки для сетчатой регулярной насадки:

$$\begin{aligned}
 U_{Ls} &= \frac{0,212 \cdot \rho_L \cdot g \cdot \delta_{пл}^2 \sqrt{1,46 \cdot \cos^2\theta + 1}}{\mu_L} \\
 &= \frac{0,212 \cdot 698,72 \cdot 9,81 \cdot \sqrt{1,46 \cdot \cos^2 45 + 1}}{3,607 \cdot 10^{-4}} = 0,0429 \text{ (м/с)}
 \end{aligned}$$

Средняя скорость пара:

$$U_{Gs} = \frac{4 \cdot G}{\pi \cdot D^2 \cdot \rho_G} = \frac{4 \cdot 0,00342}{3,14 \cdot 0,05^2 \cdot 2,98} = 0,5848 \text{ (м/с)}$$

Фактор нагрузки:

$$F = U_{Gs} \cdot \sqrt{\rho_G} = 0,5848 \cdot \sqrt{2,98} = 1,01 \text{ (кг}^{0,5}\text{м}^{-0,5}\text{с}^{-1,0}\text{)}$$

Число теоретических тарелок по уравнению Фенске:

$$n = \frac{\log \frac{X_A \cdot (1 - X_{\text{Аисх}})}{X_{\text{Аисх}} \cdot (1 - X_A)}}{\log \alpha} = \frac{\log \frac{0,8385 \cdot (1 - 0,0784)}{0,0784 \cdot (1 - 0,8385)}}{\log 1,74} = 7,46 \text{ (теор. тарелок)}$$

Число Вебера для жидкой фазы:

$$We_L = \frac{U_{Ls}^2 \cdot \rho_L \cdot S_g}{\sigma} = \frac{0,0429^2 \cdot 698,72 \cdot 0,004275}{1,46 \cdot 10^{-2}} = 0,3762$$

Число Фруда для жидкой фазы:

$$Fr_L = \frac{U_{Ls}^2}{S_g \cdot g} = \frac{0,0429^2}{0,004275 \cdot 9,81} = 0,0438$$

Число Рейнольдса для жидкой фазы:

$$Re_L = \frac{U_{Ls} \cdot \rho_L \cdot S_g}{\mu_L} = \frac{0,0429 \cdot 698,72 \cdot 0,004275}{3,607 \cdot 10^{-4}} = 355,12$$

Поправочный коэффициент полной задержки жидкости:

$$F_t = \frac{29,12 \cdot (We_L \cdot Fr_L)^{0,15} \cdot S_g^{0,359}}{Re_L^{0,2} \cdot \varepsilon^{0,6} \cdot ((1 - 0,93 \cdot \cos\gamma) \cdot \sin\theta)^{0,3}} =$$
$$= \frac{29,12 \cdot (0,3762 \cdot 0,0438)^{0,15} \cdot 0,004275^{0,359}}{355,12^{0,2} \cdot 0,88 \cdot (1 - 0,93 \cdot 0,9) \cdot (\sin 45)^{0,3}} = 4,7866$$

Для металлических регулярных насадок:

$$\cos\gamma = 0,90 \text{ для } \sigma \leq 0,055 \text{ Н/м}$$

$$\cos\gamma = 5,211 \times 10^{-16,835\sigma} \text{ для } \sigma > 0,055 \text{ Н/м}$$

Перепад давления на 1 метр высоты насадки при захлебывании колонны,

дюйм.вод.ст./дюйм:

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

Фактор насадки, 1/дюйм, (для дальнейших расчетов перевод в Па/м):

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

C_p – константа связывающая фактор насадки и высоты гофра насадки, выраженная в дюймах;

h_g – высота гофра, дюйм.

$$(\Delta P/\Delta Z)_{\text{flood}} = 0,115 (C_p (h_g)^{-1,1})^{0,7}$$

$$C_p = \left(\frac{(\Delta P/\Delta Z)_{\text{flood}}}{0,115 (h_g)^{-0,77}} \right)^{10/7}$$

$$(\Delta P/\Delta Z)_{\text{flood}} = 15942 \text{ Па/м} = 1,6272 \text{ дюйм.вод.ст./дюйм}$$

$$h_g = 0,00245 \text{ м} = 0,0965 \text{ дюйм}$$

$$C_p = \left(\frac{1,6272}{0,115 (0,0965)^{-0,77}} \right)^{10/7} = 3$$

Перепад давления на 1 метр высоты сухой насадки, Па/м:

$$\begin{aligned} (\Delta P/\Delta Z)_{\text{dry}} = (\Delta P/\Delta Z)_{\text{new}} &= \frac{0,1775 \cdot \rho_G}{S_g \cdot \varepsilon^2 \cdot (\sin\theta)^2} \cdot U_{Gs}^2 + \frac{88,774 \cdot \mu_G}{S_g^2 \cdot \varepsilon \cdot \sin\theta} \cdot U_{Gs} \\ &= \frac{0,1775 \cdot 2,98}{0,004275 \cdot 0,88^2 \cdot (\sin 45)^2} \cdot 0,5848^2 + \frac{88,774 \cdot 8,233 \cdot 10^{-6}}{0,004275^2 \cdot 0,88 \cdot \sin 45} \\ &\cdot 0,5848 = 107,85 \text{ (Па/м)} \end{aligned}$$

Коэффициент задержки жидкости:

$$\begin{aligned}
h_L &= \left[\frac{4 \cdot F_t}{S_g} \right]^{\frac{2}{3}} \cdot \left\{ \frac{3 \cdot \mu_L \cdot U_{Ls}}{\rho_L \cdot \varepsilon \cdot \sin\theta \cdot g \cdot \left[\left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \cdot \left(1 - \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{\text{new}}}{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{\text{flood}}} \right) \right]} \right\}^{\frac{1}{3}} \\
&= \left[\frac{4 \cdot 4,7866}{0,004275} \right]^{\frac{2}{3}} \\
&\quad \cdot \left\{ \frac{3 \cdot 3,607 \cdot 10^{-4} \cdot 0,0429}{698,72 \cdot 0,88 \cdot \sin 45 \cdot 9,81 \cdot \left[\left(\frac{698,72 - 2,98}{698,72} \right) \left(1 - \frac{107,85}{15942} \right) \right]} \right\}^{\frac{1}{3}} \\
&= \\
&= 0,5694
\end{aligned}$$

Перепад давления на 1 метр высоты смоченной насадки, Па/м:

$$\begin{aligned}
\frac{\Delta P}{\Delta Z} &= \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{\text{dry}}}{\left[1 - (0,614 + 71,35 \cdot S_g) \cdot h_L \right]^5} = \\
&= \frac{107,85}{\left[1 - (0,614 + 71,35 \cdot 0,004275) \cdot 0,5694 \right]^5} = 4380,22 \text{ Па/м}
\end{aligned}$$

Так как $\Delta P/\Delta Z \neq (\Delta P/\Delta Z)_{\text{new}}$, тогда $(\Delta P/\Delta Z)_{\text{new}} = \Delta P/\Delta Z$.

Заново рассчитываем коэффициент задержки жидкости:

$$\begin{aligned}
h_L &= \left[\frac{4 \cdot F_t}{S_g} \right]^{\frac{2}{3}} \cdot \left\{ \frac{3 \cdot \mu_L \cdot U_{Ls}}{\rho_L \cdot \varepsilon \cdot \sin\theta \cdot g \cdot \left[\left(\frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \cdot \left(1 - \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{new}}{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_{flood}} \right) \right]} \right\}^{\frac{1}{3}} \\
&= \left[\frac{4 \cdot 4,7866}{0,004275} \right]^{\frac{2}{3}} \\
&\cdot \left\{ \frac{3 \cdot 3,607 \cdot 10^{-4} \cdot 0,0429}{698,72 \cdot 0,88 \cdot \sin 45 \cdot 9,81 \cdot \left[\left(\frac{698,72 - 2,98}{698,72} \right) \left(1 - \frac{4351,61}{15942} \right) \right]} \right\}^{\frac{1}{3}} \\
&= \\
&= 0,6375
\end{aligned}$$

Эффективная скорость жидкости, м/с:

$$U_{Le} = \frac{U_{Ls}}{\varepsilon \cdot h_L \cdot \sin\theta} = \frac{0,0429}{0,88 \cdot 0,5988 \cdot \sin 45} = 0,0904 \text{ (м/с)}$$

Эффективная скорость пара, м/с:

$$U_{Ge} = \frac{U_{Gs}}{\varepsilon \cdot (1 - h_L) \cdot \sin\theta} = \frac{0,5848}{0,88 \cdot (1 - 0,5988) \cdot \sin 45} = 2,1680 \text{ (м/с)}$$

Коэффициент массоотдачи паровой фазы:

$$\begin{aligned}
k_G &= 0,054 \cdot \left(\frac{D_G}{S_g} \right) \cdot \left(\frac{(U_{Ge} + U_{Le}) \cdot \rho_G \cdot S_g}{\mu_G} \right)^{0,8} \left(\frac{\mu_G}{D_G \cdot \rho_G} \right)^{0,33} = \\
&= 0,054 \left(\frac{3,79 \cdot 10^{-6}}{0,004275} \right) \cdot \left(\frac{(2,1680 + 0,0904) \cdot 2,98 \cdot 0,004275}{8,233 \cdot 10^{-6}} \right)^{0,8} \cdot \\
&\cdot \left(\frac{8,233 \cdot 10^{-6}}{3,79 \cdot 10^{-6} \cdot 2,98} \right)^{0,33} = 2,95 \cdot 10^{-2} \text{ (м/с)}
\end{aligned}$$

Коэффициент массоотдачи жидкой фазы:

$$k_L = 2 \cdot \sqrt{\frac{D_L \cdot U_{Le}}{\pi \cdot S_g}} = 2 \cdot \sqrt{\frac{3,42 \cdot 10^{-9} \cdot 0,0962}{3,14 \cdot 0,004275}} = 3,03 \cdot 10^{-4} \text{ (м/с)}$$

Фактор процесса массопередачи - отношение тангенсов углов наклона равновесной и рабочей линий:

$$\lambda = \tan(\alpha) \cdot \frac{G}{L} = 0,1607$$

Эффективная поверхность сетчатой регулярной насадки:

$$a_e = 0,65 \cdot a_p = 0,65 \cdot 1000 = 650 \text{ (м}^2/\text{м}^3\text{)}$$

Высота эквивалентная теоретической тарелке:

$$\begin{aligned} \text{ВЭТТ} &= \left[\frac{U_{Gs}}{k_G \cdot a_e} + \lambda \cdot \frac{U_{Ls}}{k_L \cdot a_e} \right] \cdot \left[\frac{\ln \lambda}{\lambda - 1} \right] = \\ &= \left[\frac{0,5848}{2,95 \cdot 10^{-2} \cdot 650} + 0,1607 \cdot \frac{0,0429}{3,03 \cdot 10^{-4} \cdot 650} \right] \cdot \left[\frac{\ln 0,1607}{0,1607 - 1} \right] = \\ &= 0,1427 \text{ (м)} \end{aligned}$$

Расчет ВЭТТ по опыту № 10 окончен. По аналогии с этим опытом проведен расчет остальных опытов. В ходе расчетов определены физико-химические свойства веществ модельных смесей, диффузионные коэффициенты массопередачи в жидкой и паровой фазах и высота эквивалентная теоретической тарелке.

Результаты расчетов, а также экспериментальных данных приведены в таблице 1.

Таблица 1

№ опыта	Давление P, мм.рт.ст.	Плотность жидкости ρ_L , кг/м ³	Плотность пара ρ_G , кг/м ³	Вязкость жидкости μ_L , Па·с	Вязкость пара μ_G , Па·с	Поверхностное натяжение жидкости σ , Н/м	Коэффициент массоотдачи жидкой фазы, K _L , м/с	Коэффициент массоотдачи паровой фазы, K _G , м/с	Коэффициент диффузии жидкости D _L , м ² /с	Коэффициент диффузии пара D _G , м ² /с	Фактор нагрузки F, кг ^{0,5} ·м ^{-0,5} ·с ^{-1,0}	ВЭТТ экспериментальное, м	ВЭТТ рассчитанное, м	Относительное отклонение, %
Циклогексан-гептан, диаметр колонны 50														
1	760	702,72	2,96	$3,688 \cdot 10^{-4}$	$8,25 \cdot 10^{-6}$	0,0145	$2,80 \cdot 10^{-4}$	0,0100	$3,36 \cdot 10^{-9}$	$3,77 \cdot 10^{-6}$	0,40	0,11	0,12	8,1
5	760	701,55	2,97	$3,684 \cdot 10^{-4}$	$8,25 \cdot 10^{-6}$	0,0145	$3,04 \cdot 10^{-4}$	0,0191	$3,37 \cdot 10^{-9}$	$3,77 \cdot 10^{-6}$	0,76	0,12	0,14	7,0
10	760	698,72	2,98	$3,607 \cdot 10^{-4}$	$8,23 \cdot 10^{-6}$	0,0146	$3,13 \cdot 10^{-4}$	0,0273	$3,42 \cdot 10^{-9}$	$3,79 \cdot 10^{-6}$	1,01	0,13	0,14	6,7
15	760	680,65	3,07	$3,290 \cdot 10^{-4}$	$8,05 \cdot 10^{-6}$	0,0151	$3,21 \cdot 10^{-4}$	0,0448	$3,51 \cdot 10^{-9}$	$3,77 \cdot 10^{-6}$	1,28	0,14	0,15	0,7
Этилбензол-стирол, диаметр колонны 50 мм														
1	50	844,02	$2,57 \cdot 10^{-1}$	$4,544 \cdot 10^{-4}$	$6,97 \cdot 10^{-6}$	0,0272	$2,23 \cdot 10^{-4}$	0,0575	$2,69 \cdot 10^{-9}$	$5,03 \cdot 10^{-5}$	0,62	0,10	0,11	6,1
8	50	844,31	$2,56 \cdot 10^{-1}$	$4,524 \cdot 10^{-4}$	$6,96 \cdot 10^{-6}$	0,0272	$2,35 \cdot 10^{-4}$	0,0799	$2,72 \cdot 10^{-9}$	$5,06 \cdot 10^{-5}$	0,89	0,10	0,12	15,7
14	50	846,20	$2,55 \cdot 10^{-1}$	$4,511 \cdot 10^{-4}$	$6,92 \cdot 10^{-6}$	0,0272	$2,48 \cdot 10^{-4}$	0,1237	$2,72 \cdot 10^{-9}$	$5,07 \cdot 10^{-5}$	1,40	0,10	0,13	8,4
18	50	851,67	$2,54 \cdot 10^{-1}$	$4,514 \cdot 10^{-4}$	$6,79 \cdot 10^{-6}$	0,0270	$2,51 \cdot 10^{-4}$	0,1405	$2,71 \cdot 10^{-9}$	$5,07 \cdot 10^{-5}$	1,58	0,13	0,15	13,0
23	50	855,98	$2,54 \cdot 10^{-1}$	$4,555 \cdot 10^{-4}$	$6,70 \cdot 10^{-6}$	0,0272	$2,53 \cdot 10^{-4}$	0,1653	$2,70 \cdot 10^{-9}$	$5,07 \cdot 10^{-5}$	2,10	0,15	0,16	5,3

«УТВЕРЖДАЮ»
Главный инженер филиала
АО «ЦЭНКИ» - НПЦ КРТ
А.Н. Лисовой
« 11 / 11 » 2024 г.
М.П.



АКТ ВНЕДРЕНИЯ (ИСПОЛЬЗОВАНИЯ)
результатов диссертационной работы, выполненной
аспирантом АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)»
Чебышевой Анной Михайловной на тему: «Разработка усовершенствованной
сетчатой регулярной насадки для ректификации и исследование ее
характеристик»

Настоящий акт составлен о том, что в ходе выполнения диссертационной работы аспирантом Чебышевой А.М., разработана регулярная сетчатая шевронно-гофрированная насадка модифицированной конструкции ГИПХ внедренная в ректификационную колонну установки по производству амидола и амидола ОСЧ, Центра производства КРТ филиала АО «ЦЭНКИ» - НПЦ КРТ.

Использование высокоэффективной регулярной насадки марки ГИПХ-10 в одной из царг ректификационной колонны позволило снизить количество образующихся высокотоксичных отходов сохранив качество готового продукта, полностью удовлетворяющего требованиям РКТ.

Главный технолог филиала
АО «ЦЭНКИ» - НПЦ КРТ


Гареев Д.Р.

Начальник отдела производства
гидразина АО «ЦЭНКИ» - НПЦ
КРТ


Егоршин А.В.

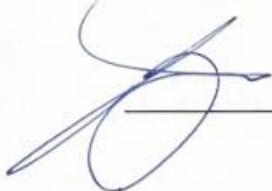
«УТВЕРЖДАЮ»
Заместитель генерального директора
по производству – главный инженер
АО «Салаватский химический завод»
В. А. Азин
2024 г.
М.П.

АКТ ВНЕДРЕНИЯ (ИСПОЛЬЗОВАНИЯ)
результатов диссертационной работы, выполненной
аспирантом АО «РНЦ «Прикладная химия(ГИПХ)»
Чебышевой Анной Михайловной на тему: «Разработка усовершенствованной
сетчатой регулярной насадки для ректификации и исследование ее
характеристик»

Настоящий акт составлен о том, что в ходе выполнения научной работы аспирантом Чебышевой А.М. разработана регулярная сетчатая шевроннофрированная насадка модифицированной конструкции ГИПХ, которая внедрена на реконструированном производстве АО «СХЗ». Насадка ГИПХ используется в ректификационных насадочных колоннах для выделения диметиламина (качество соответствует ГОСТ 9967-74) из реакционной среды.

Экономический эффект от использования высокоэффективной насадки ГИПХ в реконструированном производстве заключается в существенном снижении высоты ректификационных колонн, по сравнению с существующим производством, что, в свою очередь, снижает материалоемкость производства.

Главный технолог


С.В.Васильев

«УТВЕРЖДАЮ»
 Директор Проектного института
 АО «РНЦ «Прикладная химия (ГИПХ)»
 Д. В. Докторов
 «22» / 11 / 2024 г.
 М.П.



АКТ ВНЕДРЕНИЯ (ИСПОЛЬЗОВАНИЯ)

результатов диссертационной работы, выполненной
 аспирантом АО «РНЦ «Прикладная химия(ГИПХ)»

Чебышевой Анной Михайловной на тему: «Разработка усовершенствованной
 сетчатой регулярной насадки для ректификации и исследование ее
 характеристик»

Настоящий акт составлен о том, что в ходе выполнения научной работы аспирантом Чебышевой А.М. разработана регулярная сетчатая насадка модифицированной конструкции ГИПХ-10, а также исследованы ее гидродинамические и массообменные характеристики и разработан на базе этих исследований универсальный метод расчета внутренних массообменных устройств конструкции ГИПХ-10 при проектировании ректификационных аппаратов.

Разработанный Чебышевой А.М. универсальный метод расчета использовался при расчете и конструировании колонных ректификационных аппаратов выделения диметиламина и полупродуктов из реакционной среды при проектировании производства диметиламина на АО «Салаватский химический завод».

Главный инженер проекта


 А. С. Янковский

Главный специалист ОНСП


 Т. К. Богданова