

# ОБОРУДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РЕКТИФИКАЦИИ

Ректификация издавна является одним из наиболее важных методов разделения жидких смесей.

В настоящее время этот метод применяется для

- разделения простых и сложных смесей,
- веществ, способных образовывать азеотропы,
- веществ, обладающих весьма близкими температурами кипения.

Конечно, ректификацию возможно и выгодно применять далеко не всегда.

Так, при малых концентрациях вещества в смеси извлечение его этим методом оказывается невыгодным. Тогда, по возможности, следует применять другие методы, разделения, например экстракцию или (в случае смесей газов) адсорбцию.

Нежелательно использование ректификации при разделении смесей, содержащих вещества, неустойчивые в условиях повышенных температур, разлагающиеся или полимеризующиеся. Сказанное относится, конечно, только к тем процессам, когда не удастся какими-либо мерами (применение вакуума, введение ингибиторов) предотвратить разложение или полимеризацию в процессе ректификации.

Наконец, всегда нужно иметь в виду, что ректификационные процессы *являются энергоемкими*, поэтому окончательный выбор метода, при возможности использования других, должен делаться на основе экономического анализа.

Несмотря на отмеченные недостатки, ректификация в технологии основного органического синтеза (ООС) и синтетических каучуков (СК) применяется чрезвычайно широко во всех без исключения технологических процессах, в которых продуктами являются жидкости и легко сжижаемые газы, а также и в таких производствах, где конечные продукты — твердые вещества (например, высшие жирные кислоты, хлоруксусная кислота) или трудно сжижаемые газы (например; этилен).

Лишь небольшое количество таких производств, как получение ацетилена, щавелевой кислоты, моющих веществ, обходится без ректификации.

Цель данной темы осветить те важные для производства ООС и СК вопросы, которые не рассматриваются в курсе процессов и аппаратов химической технологии.

В промышленности ООС и СК большое место занимает ректификация многокомпонентных смесей.

Широкое распространение находит ректификация смесей, близких по своим физико-химическим свойствам, например, углеводородов с одинаковым числом углеродных атомов.

Извлечение какого-либо компонента из такой смеси обычными методами ректификации в большинстве случаев невозможно или экономически нецелесообразно.

Тогда пользуются ректификацией в присутствии разделяющего агента, известной под названием экстрактивной ректификации. *Если этот компонент образует азеотроп с одним или всеми веществами, присутствующими в смеси, то*

Вышеперечисленные виды ректификации существенно отличаются по своим физико-химическим основам, а потому соответствующая аппаратура должна рассчитываться различными методами.

Принцип действия и конструкции ректификационных аппаратов, применяемых для различных вариантов разделения, одинаковы.

Имеются лишь отличия в технологических схемах, взаимном расположении и размерах отдельных частей установок.

# ТИПЫ И КОНСТРУКЦИИ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ АППАРАТОВ

*Процесс ректификации заключается в одновременно и многократно повторяемых частичных испарениях и конденсациях разделяемой смеси, что достигается проведением этого процесса в многоступенчатых аппаратах.*

Пары разделяемой смеси движутся в них противотоком к перетекающей в обратном направлении жидкости.

При этом в каждой ступени аппарата осуществляется контакт между парами и жидкостью и достигается то или иное приближение системы к равновесному состоянию.

Очевидно, основным условием высокоэффективной работы ректификационного аппарата является обеспечение в отдельных его ступенях наиболее благоприятных условий массопередачи.

В настоящее время в промышленности ООС и СК используются следующие типы ректификационных колонн;

- тарельчатые,
- насадочные,
- трубчатые,
- механические.

Основными являются первые два типа.

Следует отметить, что дальнейшее рассмотрение конструкций ректификационных аппаратов имеет общее значение для всех видов ректификации: периодической и непрерывной, бинарной и многокомпонентной, обычной и экстрактивной, ибо во всех случаях основной задачей является достижение оптимальных условий массообмена.

# Тарельчатые ректификационные колонны

Тарельчатые ректификационные колонны представляют собой вертикальные аппараты, внутри которых на равном расстоянии друг от друга по высоте расположены тарелки.

На этих тарелках и происходит контакт и массообмен между поднимающимися снизу парами и стекающей сверху жидкостью.

Таким образом, каждая тарелка представляет собой одну ступень ректификационного устройства.

Эффективность разделения смеси путем ректификации зависит,

1. от числа тарелок в колонне
2. от эффективности работы каждой тарелки.

Очевидно, чем лучше работает тарелка, тем меньше требуется тарелок для достижения при прочих равных условиях той же степени разделения.

Поэтому основным вопросом конструирования тарельчатых ректификационных колонн является выбор оптимального устройства тарелки.

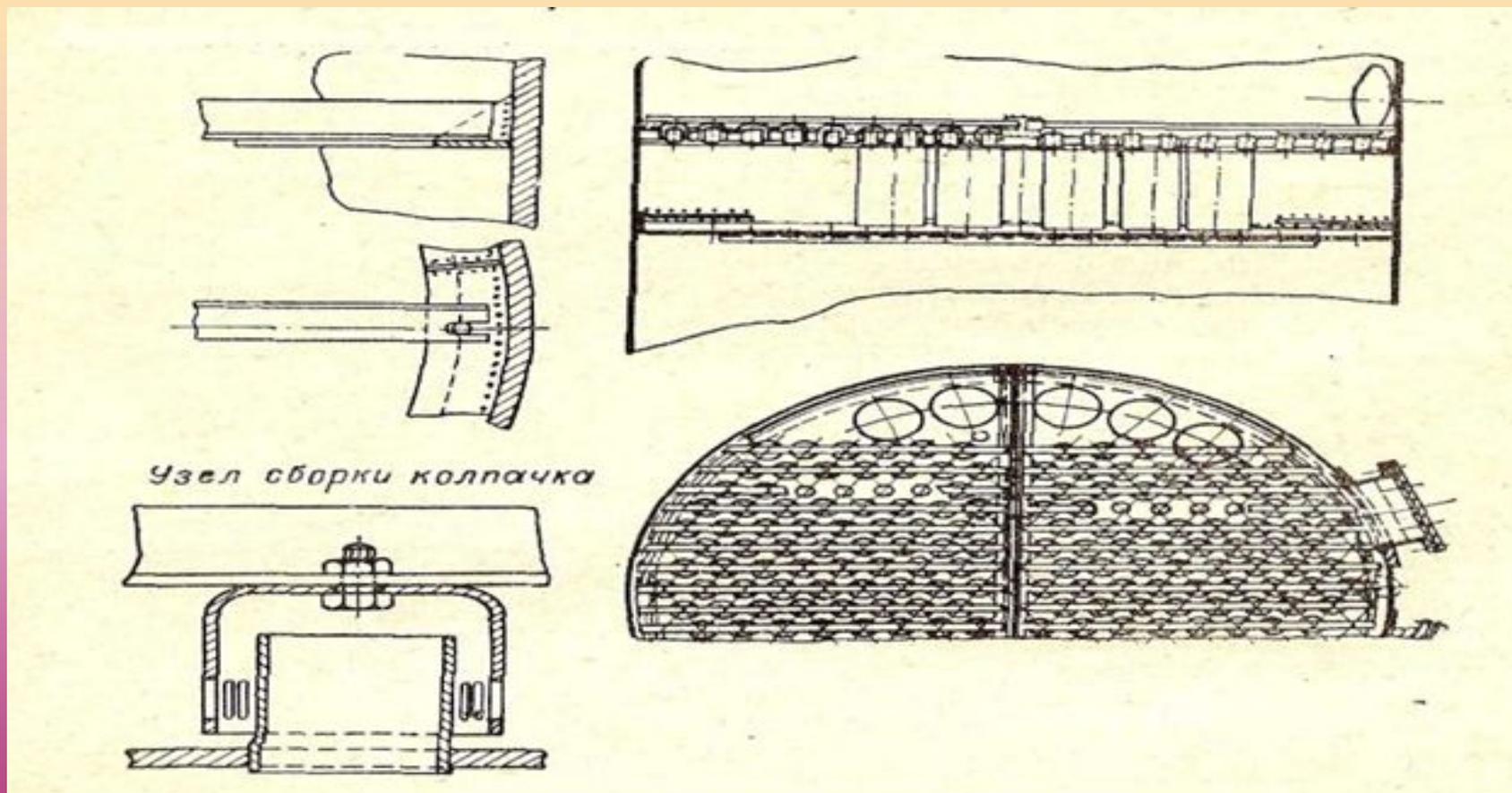
Помимо основного требования к тарелкам — обеспечения наилучших условий массопередачи т. е. хорошего, контакта фаз и равномерного распределения пара и жидкости, — к ним предъявляются и другие требования:

- высокая производительность,
- малое гидравлическое сопротивление,
- устойчивость и надежность в работе,
- легкость монтажа, демонтажа, ремонта и

ЧИСТКИ

Наиболее старым и до сих пор распространенным типом тарелок являются тарелки с колпачками различных конструкций, особенно с круглыми, туннельными или коробчатыми.

### Тарелка с круглыми колпачками (приварная)



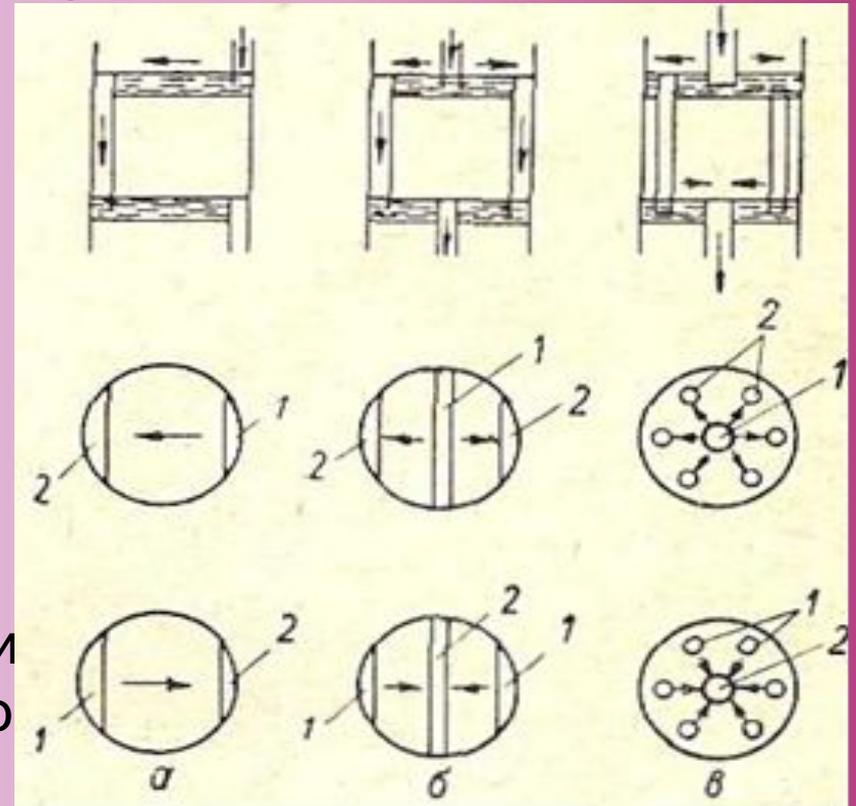
Благодаря большому количеству колпачков обеспечивается хороший контакт между жидкостью и паром, а следовательно, — благоприятные условия массопередачи.

Для нормальной работы такой тарелки весьма существенным является равномерное распределение потока жидкости, что достигается различными приемами в зависимости от диаметра колонны.

Если диаметр колонны невелик, то можно достигнуть удовлетворительного распределения потока жидкости при диаметрально ее движении по тарелке, как это показано на рисунке.

При больших диаметрах колонн необходимо применять двустороннее движение жидкости (рис. б) или лучше радиальное (рис.в).

Можно устанавливать перегородки на тарелке, но это значительно усложняет конструкцию.



Недостаток колпачковых тарелок с круглыми колпачками - монтаж их сложен, особенно при большом количестве колпачков, а чистка весьма затруднительна.

Более просты по устройству и эксплуатации тарелки с туннельными, или коробчатыми, колпачками; конструкция такой тарелки ясна из рис. X. 3. Тарелки этого типа менее эффективны, чем тарелки с круглыми колпачками, но применяются довольно часто в тех случаях, когда приходится иметь дело с загрязненными или способными к полимеризации жидкостями.

В частности, тарелки с коробчатыми колпачками широко применяются при ректификации дивинила.

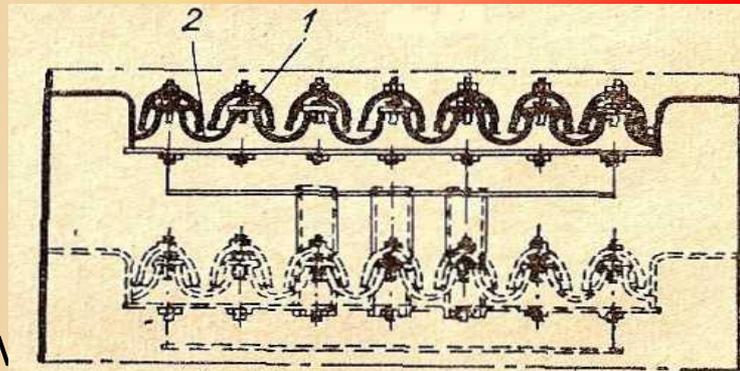
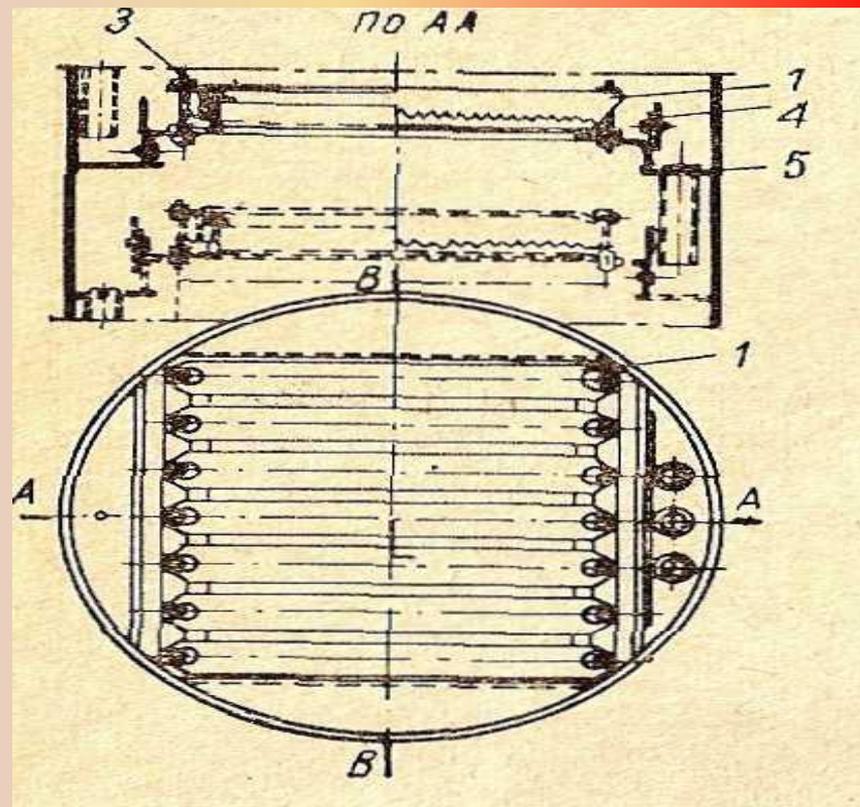
Общим недостатком тарелок рассмотренных конструкций является то, что они спроектированы без учета возникающих на них гидродинамических режимов.

В результате этого их нормальная работа возможна только в сравнительно узком диапазоне нагрузок (рис. X. 4);

при нарушениях режима может наблюдаться отсутствие затвора, пульсация, затопление, выдувание, унос и

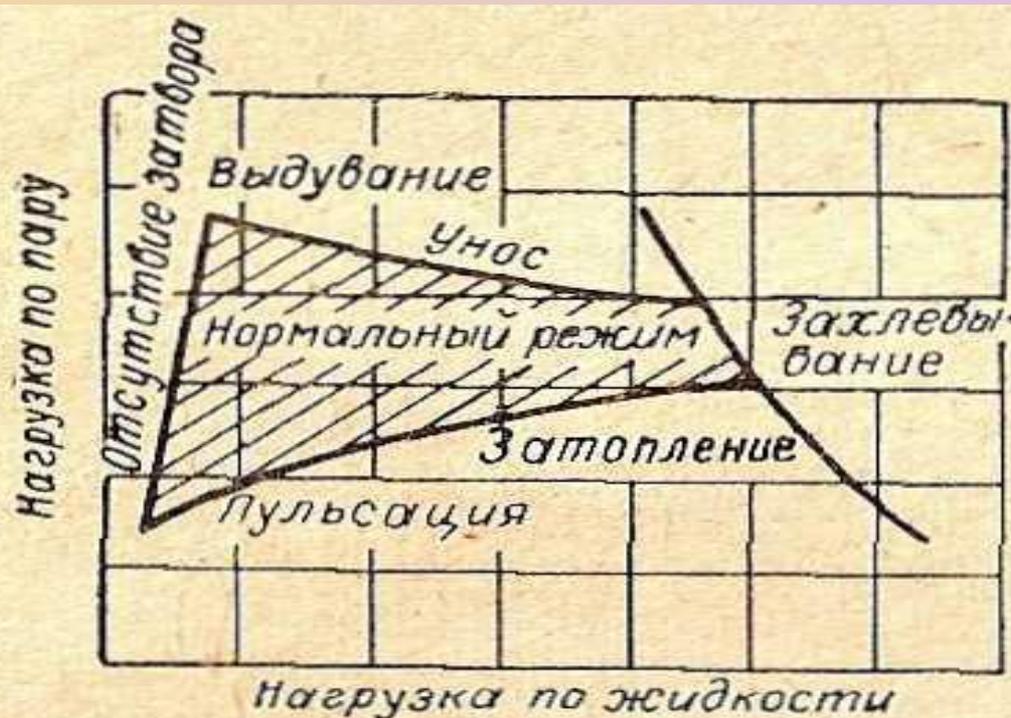
Рис X. 3. Тарелка с туннельными колпачками «захлебывание».

1- колпачок; 2- желоб; 3- шпильки; 4- переливной порог; 5- сегментный карман; 6- переливные трубки.



Отсутствие затвора имеет место при весьма малых нагрузках колонны по жидкости, особенно если тарелка не имеет сливного порога. При этом пар свободно проходит через прорези колпачков и не контактируется в достаточной степени с жидкостью.

Рис X.4. Режим работы тарелки с колпачками в зависимости от соотношения нагрузок по пару и жидко



- *Пульсация* имеет место при малых нагрузках по пару, который в этом случае проходит неравномерно через колпачки, вызывая пульсацию жидкости на тарелке и проваливание ее через паровые патрубки ненагруженных колпачков.
- *Затопление* наблюдается при больших нагрузках по жидкости, вследствие чего уровень жидкости на тарелке поднимается выше допустимого. В результате повышения гидравлического сопротивления пар перестает проходить через прорези некоторых колпачков и жидкость начинает проваливаться через паровые патрубки.
- *Выдувание жидкости* происходит при больших нагрузках по пару, вследствие чего струи пара, вырывающиеся с большой скоростью из прорезей, отталкивают жидкость от колпачков и контакт между фазами значительно ухудшается.

- Унос жидкости на вышерасположенную тарелку является следствием инжектирующего действия пара или образования тумана при больших нагрузках по жидкости и значительных по пару. При этом механический унос жидкости зависит от расстояния между тарелками, а унос в виде тумана от этого параметра не зависит.
- Захлебывание колонны означает практически полное расстройство ее работы и обусловлено слишком высокими нагрузками по жидкости, причем происходит как бы вскипание жидкости в сливных патрубках и перенос ее на вышележащую тарелку.

Все перечисленные недостатки делают колпачковые тарелки рассмотренных типов при практическом использовании сравнительно малоэффективными, особенно в условиях переменных и колеблющихся нагрузок, однако в настоящее время они являются пока самыми распространенными.

В последние годы создал ряд типов тарелок, пригодных в более или менее значительной степени к работе в условиях переменных нагрузок по пару и жидкости.

Среди таких тарелок следует назвать колпачковые с плавающими клапанами, со свободными дисковыми клапанами и типа «Унифлюкс».

Схема участка колонны, оборудованной колпачковыми тарелками с плавающими клапанами, рис. X. 5.

Схема участка колонны, оборудованной колпачковыми тарелками с плавающими клапанами, приведена на рис. X. По всей поверхности такой тарелки (рис. X. 6) сделаны прорези 1 прямоугольной формы,

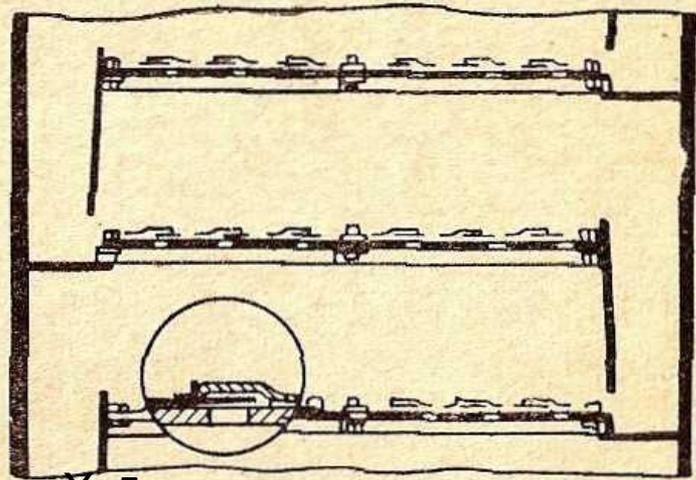


Рис. X. 5. колпачковые тарелки с

плавающими клапанами  
которые перекрываются L - образными пластинчатыми клапанами 2, удерживаемыми скобами 3.

В нерабочем положении клапаны под действием собственного веса закрывают прорези (X.6,а). Поток газа или пара, проходящий по колонне вверх через прорези, заставляет клапаны приподниматься сначала в более легкой части (рис. X. 6, б), затем при больших нагрузках — в предельное положение (рис. X.6,в).

Жидкость движется по тарелкам таким образом, что набегает на отогнутую часть клапана и прижимает его к прорези.

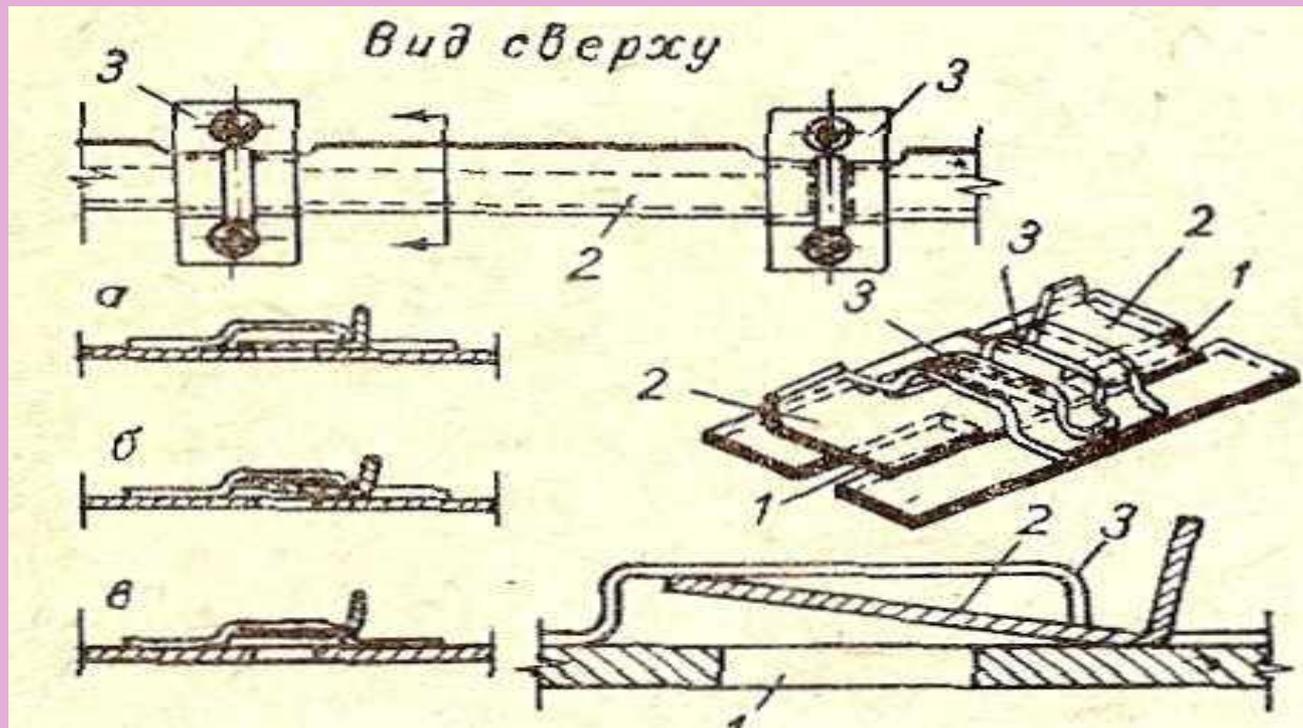


Рис. X.6 Детали колпачка с плавающими клапанами:

1- прорезы; 2- L - образные пластинчатые клапаны;  
3- скобы.

## Преимущества тарелок с плавающими клапанами

- к. п.д. таких тарелок значительно выше к. п. д. обычных колпачковых тарелок и почти не меняется с нагрузкой.
- минимальный унос жидкости,
- малый градиент давления жидкости при движении ее поперек тарелки,
- повышенную пропускную способность,
- нечувствительность к загрязнениям,
- малый вес.

Они с успехом используются в промышленных установках.

## Схема участка колонны, оборудованной колпачковыми тарелками со свободными дисковыми клапанами, изображена на рис. X.7.

- Принцип действия колпачков такой тарелки близок к только что рассмотренному: при изменении нагрузки клапан занимает то или иное положение, образуя соответствующий проход для пара, чем обеспечивается устойчивый режим работы тарелки.
- Благодаря большому количеству колпачков, сравнительно небольшим размерам их и близкому расположению друг от друга (75—150 мм) достигается хороший контакт фаз на тарелке.

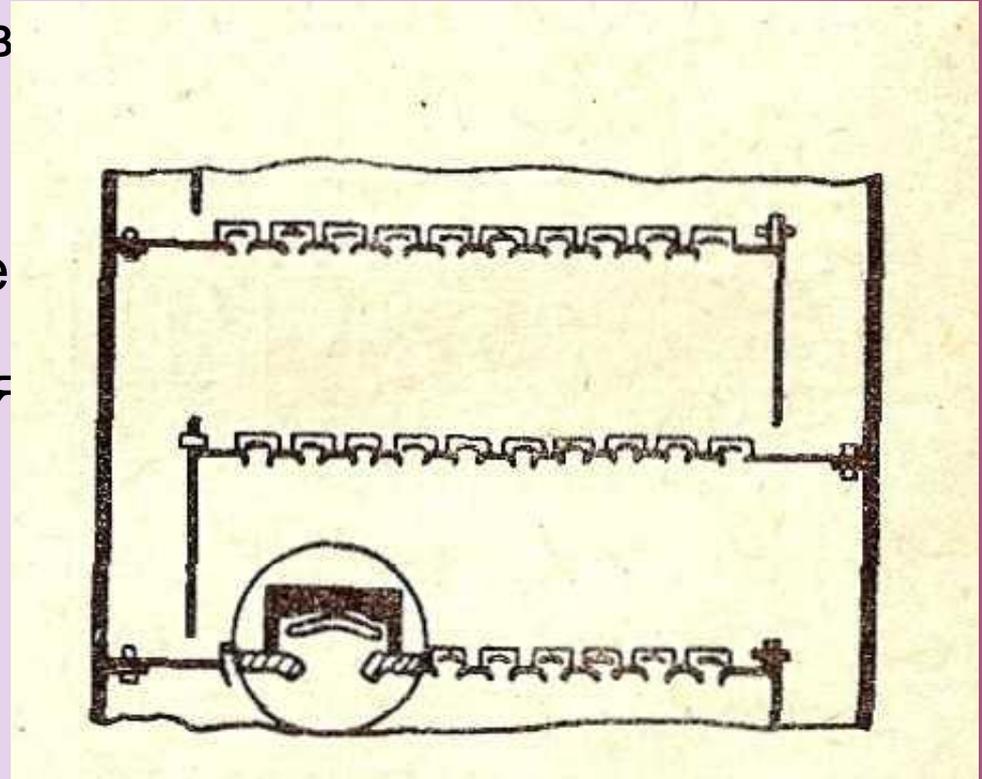


Рис. X.7. Колпачковые тарелки со свободными дисковыми клапанами

Широкое распространение в нефтяной и химической промышленности США получили колонны с тарелками типа «Унифлюкс» (рис. X.8,а).

Эти тарелки собираются из 5-образных элементов, снабженных трапецевидными прорезями, соединяющимися между собой с помощью концевых 1 и промежуточных 2 пластин (рис. X.8.б).

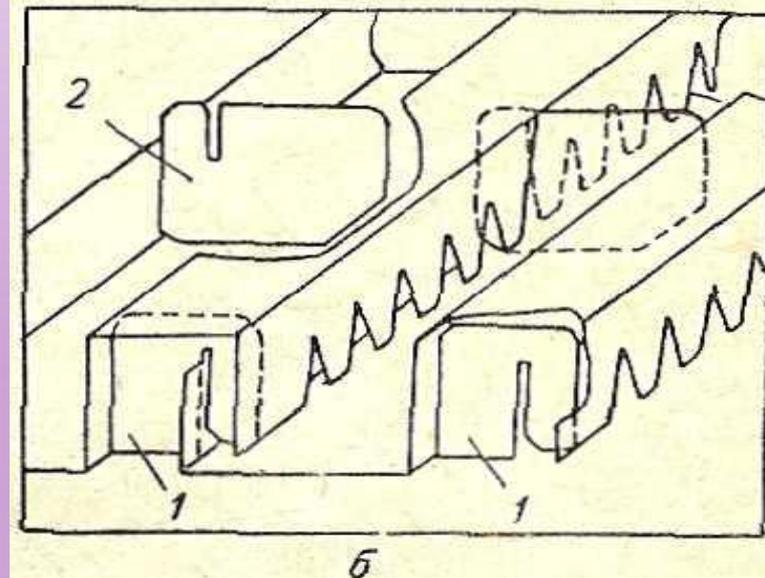
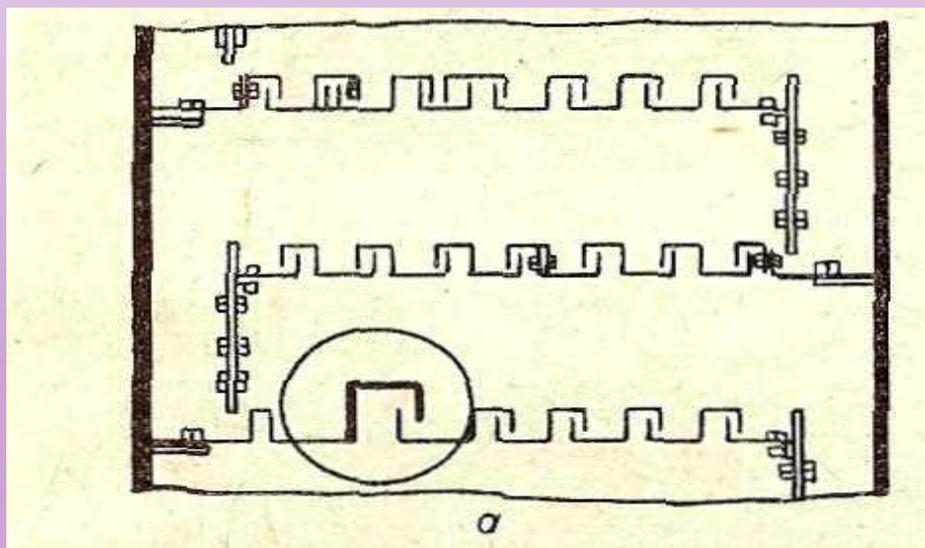


Рис. X. 8. Схема участка колонны с колпачковыми тарелками «Унифлюкс» (а) и детали тарелки (б):

1—концевые пластины; 2—промежуточные пластины.

При этом образуется конструкция, напоминающая тарелку с туннельными колпачками.

Однако в данном случае выход пара из прорезей осуществляется в направлении потока жидкости, что содействует движению последней.

Одновременно устраняется разность уровней жидкости на тарелке и снижается сопротивление движению пара.

Площадь для прохода пара в 2—4 раза больше, чем в колпачковых тарелках обычной конструкции.

Эффективность тарелок «Унифлюкс» не ниже, чем лучших тарелок с круглыми колпачками, что при простоте их устройства является большим преимуществом.

Несмотря на большие успехи в создании эффективных колпачковых тарелок, применение их ограничено.

Это связано со сравнительной сложностью, высокой стоимостью и значительным гидравлическим сопротивлением тарелок.

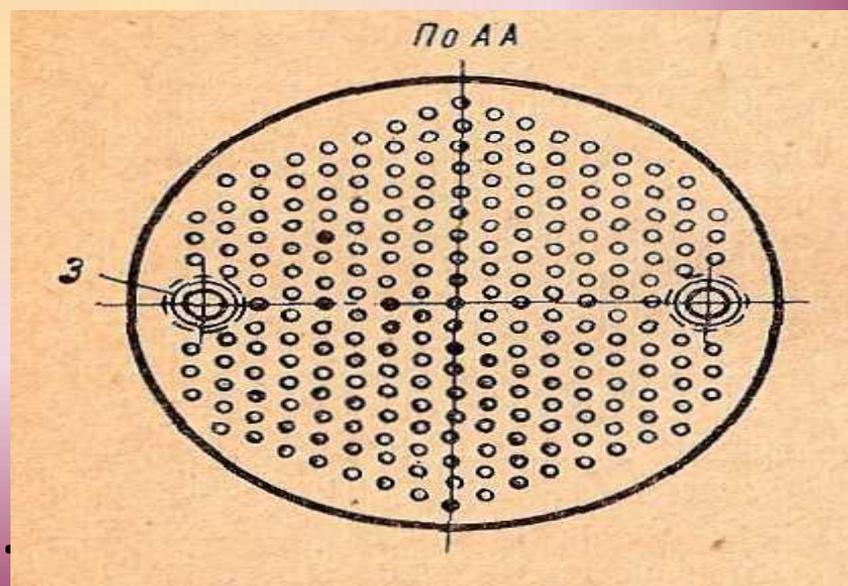
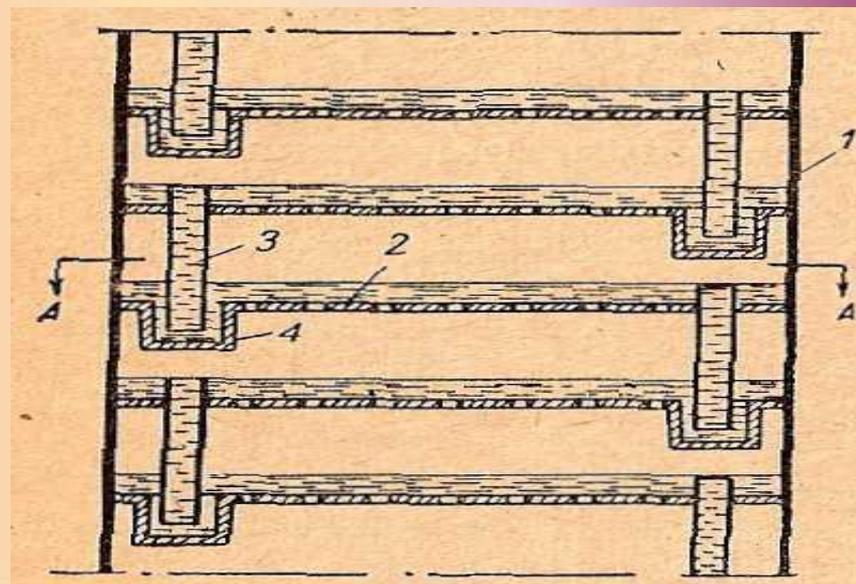
Именно этих недостатков лишены бесколпачковые — перфорированные или ситчатые — тарелки. Они особенно широко применяются для ректификации сжиженных газов, в частности жидкого воздуха, Используются они и в ряде производств ООС и СК.

*Устройство ситчатой тарелки весьма просто:*

Она представляет собой перфорированный лист с большим количеством отверстий малого диаметра и переливными трубами, обеспечивающими поддержание на тарелке определенного уровня жидкости.

Провалу жидкости через отверстия тарелки препятствует пар, который движется в них с соответствующей скоростью.

1- корпус; 2- ситчатая тарелка;  
3- переливная трубка; 4- стакан.



- Ситчатые тарелки обладают
- более высоким к. п. д., чем колпачковые,
- большей пропускной способностью,
- меньшим гидравлическим сопротивлением.
- стоимость их также значительно ниже.

Недостатки главным из которых является неустойчивость работы при колебаниях нагрузки по пару.

По данным Л. С. Аксельрода, колонны с ситчатыми тарелками допускают изменение нагрузки в два раза без заметного изменения качества разделения.

Однако при существенном снижении расхода пара через отверстия тарелок и при остановке колонны жидкость будет проваливаться. Это создает большие неудобства, особенно при пуске колонны и выводе ее на рабочий режим.

Кроме того, отверстия ситчатых тарелок легко забиваются различными загрязнениями и потому такие колонны непригодны для ректификации жидкостей, содержащих или образующих в процессе обработки твердые продукты (например, полимеры).

Ситчатые тарелки обладают также недостатком, свойственным всем типам тарелок с переливом. Они должны обеспечивать сбор жидкости с каждой тарелки, передачу ее по переливному устройству на нижележащую и равномерное распределение жидкости по тарелке. Это значительно усложняет конструкцию, особенно при больших диаметрах колонн.

В последние годы энергично исследуются и внедряются в промышленность оригинальные разновидности ситчатых тарелок, получившие названия провальных и решетчатых.

Принципиально эти два вида не отличаются один от другого.

Только первые имеют крупные отверстия, а вторые — прямоугольные щели.

Решетчатые тарелки (рис. X. 10) проще, поэтому применяются значительно чаще.



Тарелка представляет собой металлический диск толщиной 3 мм, в котором профрезованы или выштампованы параллельные щели шириной 3—4 мм.

Возможна работа со щелями более широкими (6—8 мм по американским данным) и более узкими.

Однако, как показали исследования М. Е. Аэрова и Т. А. Быстровой, оптимально является ширина щелей именно 3-4 мм.

Более узкие щели осложняют изготовление тарелки, более широкие приводят к увеличению размеров пузырьков и струй пара (барботирующие через слой жидкости на тарелки), к сокращению межфазовой поверхности и снижению эффективности массопередачи.

Устойчивость работы тарелок с широкими щелями также не вполне удовлетворительна.

Решетчатые тарелки не имеют никаких переливных устройств.

В противоположность тарелкам с переливом, на которых жидкость, двигаясь перекрестным током по отношению к пару, должна равномерно распределяться по тарелке, на решетчатых тарелках осуществляется противоток: пар поднимается сквозь отверстия в тарелке, через которые жидкость проваливается на нижележащую тарелку.

Слой жидкости на тарелке в результате установления динамического равновесия между количеством жидкости на тарелке и скоростями жидкостного и парового потоков удерживается на определенном уровне.

При этом существенное значение имеет доля живого сечения щелей в тарелке, которая, по данным М. Э. Аэрова и Г. А. Быстровой, должна находиться в пределах 18—20%.

Многочисленные исследования работы решетчатых тарелок в лабораторных и производственных условиях показали, что по эффективности разделения они не уступают лучшим колпачковым тарелкам, а по производительности превосходят их на 20—100% и даже более.

Кроме того, гидравлическое сопротивление решетчатых тарелок на 40—80% меньше, чем колпачковых. Следует отметить еще одно интересное преимущество решетчатых тарелок: их легко можно изготовить укладкой в ряд трубок. Трубчатые тарелки, как указывалось ранее выгодно использовать при необходимости отвода или подвода тепла в процессе межфазового обмена — по трубкам можно пропускать хладагент или теплоноситель. Такие случаи особенно часто встречаются в процессах абсорбции и хемосорбции.

Недостатки ситчатых тарелок:

- недостаточная устойчивость работы вне оптимальных режимов, слив жидкости с тарелок при остановках, возможность забивки щелей.

Однако эти недостатки не так уж существенны, если учесть простоту конструкции, высокие их производительности и

Поэтому они быстро внедряются в практику различных производств, в частности промышленности ООС и СК

Так, по данным К. Н. Константинова, еще в 1954 г. на Ефремовском заводе СК были пущены и до сих пор эксплуатируются колонны с решетчатыми тарелками для ректификации этилового спирта, высших спиртов, отгонки дивинила из насыщенного абсорбента (спирта), отгонки легколетучих примесей из дивинила-сырца и т. д.

Успешно применяются колонны с решетчатыми тарелками для разгонки смесей бензола с алкилбен-золами, для разделения углеводородных газов (этан-этиленовые колонны) и т. д.

*Продолжается дальнейшее внедрение решетчатых тарелок в производствах ООС и*

# Насадочные ректификационные колонны

Необходимо отметить, что если за рубежом основным в исследованиях конструкций ректификационных аппаратов является усовершенствование тарельчатых колонн, то в РФ большое внимание уделяется и насадочным колоннам. Прежде всего следует указать на исследования В. В. Кафарова с сотрудниками, направленные на интенсификацию работы таких аппаратов.

Наиболее эффективна работа насадочных колонн в режиме эмульгирования, создаваемом в так называемых «эмульгационных» колоннах .

Наряду с положительным качеством — значительным повышением эффективности аппарата — эмульгационные ректификационные колонны имеют существенные недостатки, ограничивающие их применение для ректификации

- значительный перепад давления в колонне, совершенно исключающий возможность их использования для работы под разряжением,
- большую задержку жидкости, обуславливающую длительность вывода колонны на рабочий режим.

Эта задержка, кроме того, исключает возможность применения эмульгационных колонн для периодической ректификации, так как количества промежуточных фракций оказываются слишком большими.

## Насадочные контактные элементы.

В последнее время большое внимание уделяют контактными элементам в виде насадок. Это обусловлено значительными жидкостными нагрузками в некоторых типах массообменных аппаратов и развитием вакуумной ректификации высококипящих продуктов, когда применение тарельчатых контактных устройств нерационально, поскольку не обеспечивает требуемое качество продуктов разделения.

# Насадки по способу укладки делятся на



К цилиндрическим насадкам относятся кольца Рашига.

*Достоинства* колец Рашига: - простота изготовления;

- низкая стоимость.

*Недостаток*: - низкие гидродинамические и массообменные характеристики;

- малая доступность внутренней поверхности кольца для омывания потоками жидкости и газа;

- значительное перераспределение жидкости к стенкам аппарата.

Совершенствование кольцевых насадок направлено на устранение этих недостатков.

В настоящее время кольца Палля находят широкое применение в промышленности.

Они представляют собой цилиндры с высотой, равной наружному диаметру. На боковых стенках имеются 2 ряда прямоугольных надрезов, смещенных относительно друг друга, и лепестки, отогнутые внутри кольца.

Такая конструкция позволила

- повысить пропускную способность в 1,2 раза,
- уменьшить сопротивление в 1,6 - 4 раза.

Но такие кольца дорого стоят.

Недавно в США была предложена модифицированная цилиндрическая насадка.

Элемент насадки состоит из 2-х параллельных колец с общей центральной осью. Ширина колец 3,17 мм, диаметр – 41,2 мм. В цилиндрическом внутреннем пространстве имеется 7 изогнутых выпусков, равномерно распределенных по окружности. Эти выступы соединены с обоими кольцами и имеют наклонные участки – отражатели, расположенные под прямым углом относительно друг друга. По отношению к центральной оси элементы отражатели всех выступов повернуты на  $45^{\circ}$ , что обеспечивает значительную поверхность контакта и хорошую смачиваемость.

Совершенствование кольцевых насадок осуществляется и путем уменьшения соотношения высоты кольца и диаметра. Сейчас, в новых конструкциях, высота кольца < диаметра.

# СХЕМЫ РЕКТИФИКАЦИОННЫХ УСТАНОВОК

Как известно, ректификационные установки, помимо основного аппарата — ректификационной колонны, — включают ряд вспомогательных аппаратов, обеспечивающих испарение жидкости в кубе колонны, конденсацию паров, отходящих сверху колонны и т. п.

Конструкции, взаимное расположение, размеры отдельных элементов ректификационной установки зависят от назначения и принципа ее действия.

# Установки для ректификации бинарных смесей

Установки для ректификации бинарных смесей могут быть :

- периодического
- непрерывного действия.

## Установки периодического действия.

Применяются в промышленности ООС и СК очень редко.

Они сохранились в малотоннажных производствах и, кроме того, их используют для осуществления различных вспомогательных операций (выделения ценных продуктов из отходов производства, при регенерации продуктов и жидких катализаторов и т. п.).

Можно привести в качестве примера ряд производств, где еще пользуются периодической ректификацией:

- синтез метилметакрилата,
- переработка некоторых побочных продуктов производства фенола и ацетона из гидроперекиси изопропилбензола (извлечение  $\alpha$ -метилстирола).,
- переработка отходов производства метилового спирта из окиси углерода и водорода с целью извлечения из них целевого продукта и т. п.

# Схема периодической ректификации

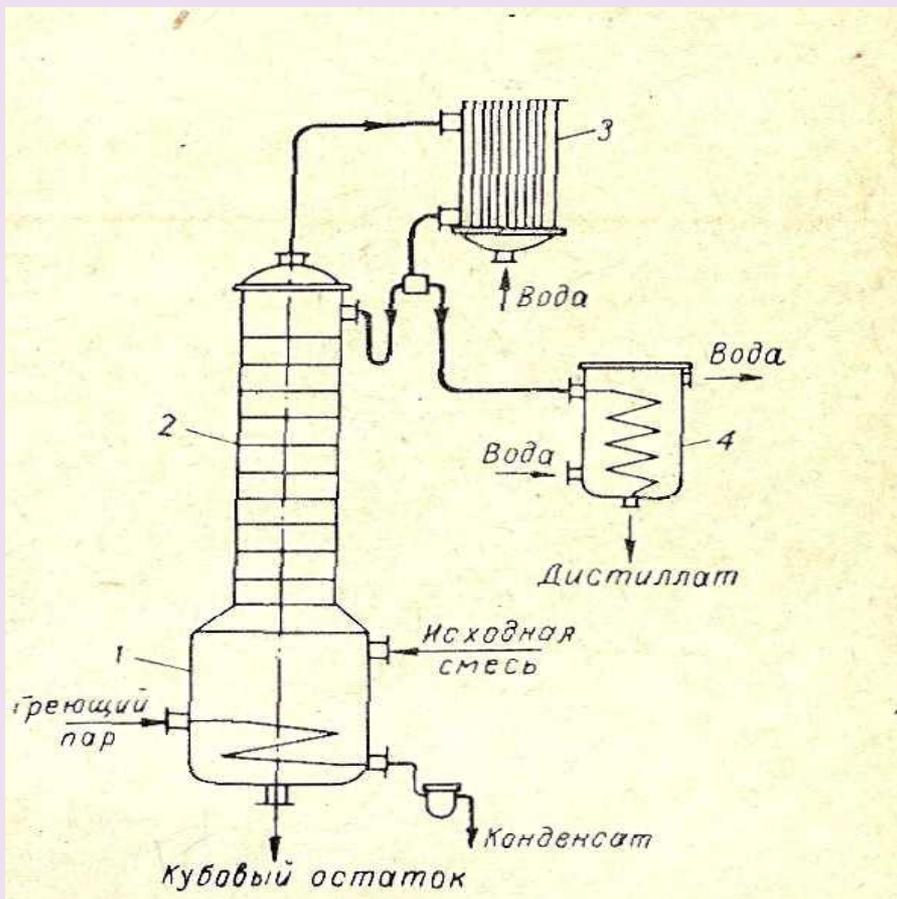


Рис. X. 15. Схема периодической ректификации.

Установка состоит из куба 1, снабженного нагревательным элементом, колонны 2, дефлегматора 3 и холодильника 4.

Разделяемую смесь загружают в куб, нагревают до температуры кипения и поддерживают в этом состоянии до конца процесса.

Пары из куба поступают в колонну, где при орошении флегмой, образующейся в дефлегматоре, происходит ректификация.

Дистиллят, идентичный по составу флегме, охлаждается в холодильнике и выводится в качестве продукта.

Ректификацию продолжают до тех пор, пока в кубе не будет получен остаток заданного состава.

После этого куб разгружают и заливают в него новую порцию разделяемой смеси.

### Недостатки

- нестабильность условий процесса во времени, так как составы разделяемой смеси в кубе, а следовательно, и в колонне, все время изменяются  
→ Это затрудняет управление процессом.
- периодическая ректификация требует значительных затрат труда (загрузка, выгрузка) сопряжена с низким коэффициентом использования аппаратуры, трудно автоматизируется и т. д.

Ее применение оправдано только в исключительных случаях.

## Установки для непрерывной ректификации

В подавляющем большинстве крупномасштабных производств ООС и СК применяют установки для непрерывной ректификации, имеющие различное оформление в зависимости от задач разделения и характера разделяемой смеси, а также из чисто конструктивных соображений.

Наиболее распространенный тип такой установки, предназначенной для получения дистиллата и кубового продукта заданных составов, изображен на рис. X. 16

Основным аппаратом установки является ректификационная колонна непрерывного действия 1, состоящая из двух частей — укрепляющей а и исчерпывающей б.

в укрепляющей части колонны происходит обогащение поднимающихся вверх паров легколетучим компонентом,

в исчерпывающей — удаление этого компонента из стекающей жидкости и, следовательно, обогащение последней труднолетучим компонентом.

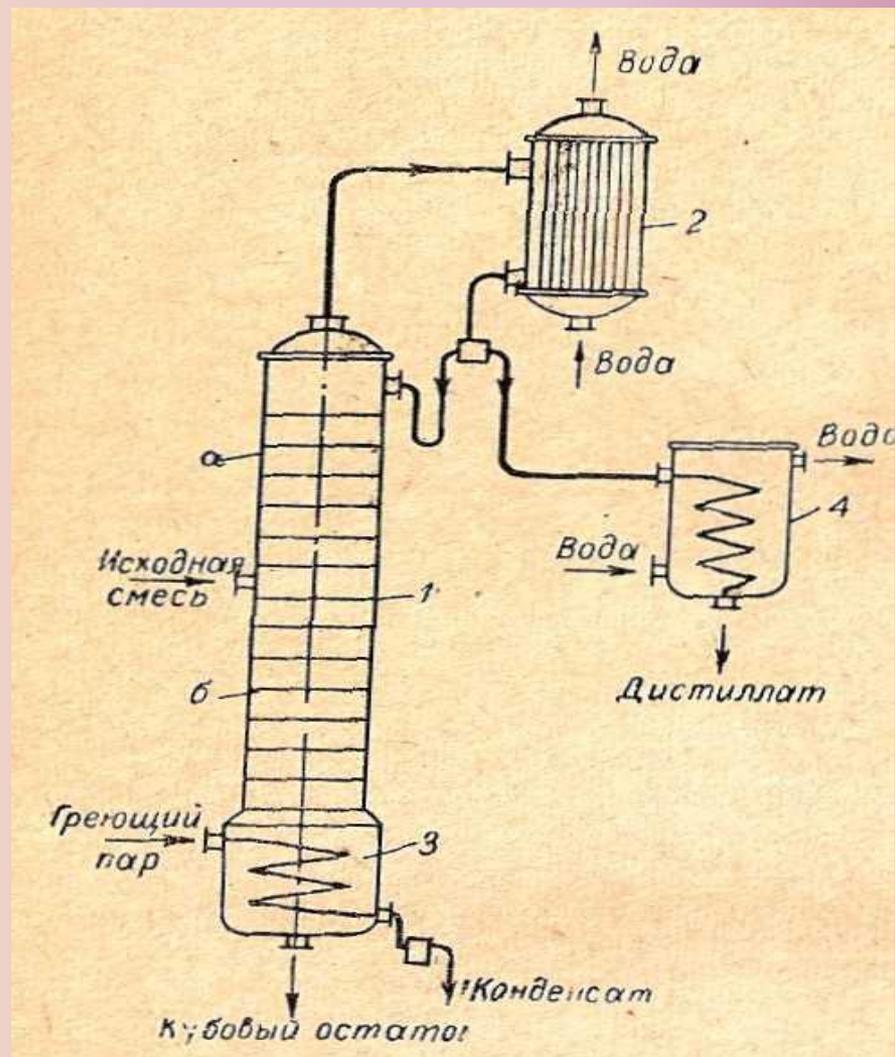


Рис. X.16. Ректификационная установка непрерывного действия:  
1-колонна; 2-дефлегматор; 3-кипятильник;  
4-холодильник.

Таким образом, при непрерывной подаче разделяемой смеси на питающую тарелку, расположенную на границе укрепляющей и исчерпывающей частей колонны, оказывается также возможным непрерывно получать сверху легкокипящий дистиллат заданного состава, а снизу — тяжелокипящий кубовый продукт.

Помимо колонны, установка включает дефлегматор 2, кипятильник 3 и холодильник 4 предназначенный для охлаждения верхнего продукта.

Вместо кипятильника в виде змеевика, установленного в кубе колонны, может быть применен обогрев с помощью выносного кипятильника, а если это допустимо по технологическим соображениям, — и просто путем подачи в кубовую часть теплоносителя (обычно острого водяного пара).

Выносные кипятильники имеют два преимущества по сравнению со змеевиками:

- большую поверхность теплообмена
- возможность чистки без остановки агрегата,

причем в последнем случае кипятильник отключают от колонны и вместо него включают резервный.

В промышленности ООС и СК весьма часто приходится иметь дело с ректификацией веществ, способных к полимеризации и осмолению.

Образующиеся в процессе ректификации твердые вещества собираются в кубовой части колонны и лишь частично выводятся с кубовым продуктом.

Часть же их отлагается на теплопередающих поверхностях, выводя нагревательные элементы из строя.

Во всех подобных случаях применение выносных кипятильников обязательно. Поэтому в производствах ООС и СК установки со змеевиками встречаются реже, чем с выносными кипятильниками. Нормальное расположение дефлегматора колонны — верхнее.

При этом флегма поступает из дефлегматора на верхнюю тарелку колонны при температуре отходящих паров.

Однако верхнее расположение дефлегматора во многих случаях нежелательно.

Например, если значительной высоты колонна установлена на открытой площадке, то для размещения и обслуживания дефлегматора необходима специальная строительная конструкция.

Подача хладагента на большую высоту требует дополнительных насосов. Установка получается довольно сложной и дорогой.

В таких случаях целесообразно пользоваться установками с холодным орошением (рис. X. 17).

Вместо дефлегматора здесь устанавливается конденсатор 2, в котором конденсируются все пары, поступающие с верха колонны 1;

конденсат же охлаждается до температуры хранения в холодильнике 5.

Он собирается в сборнике 4, откуда часть его выводится в качестве продукта — дистиллата, а другая часть насосом 5 подается на верх колонны в качестве флегмы.

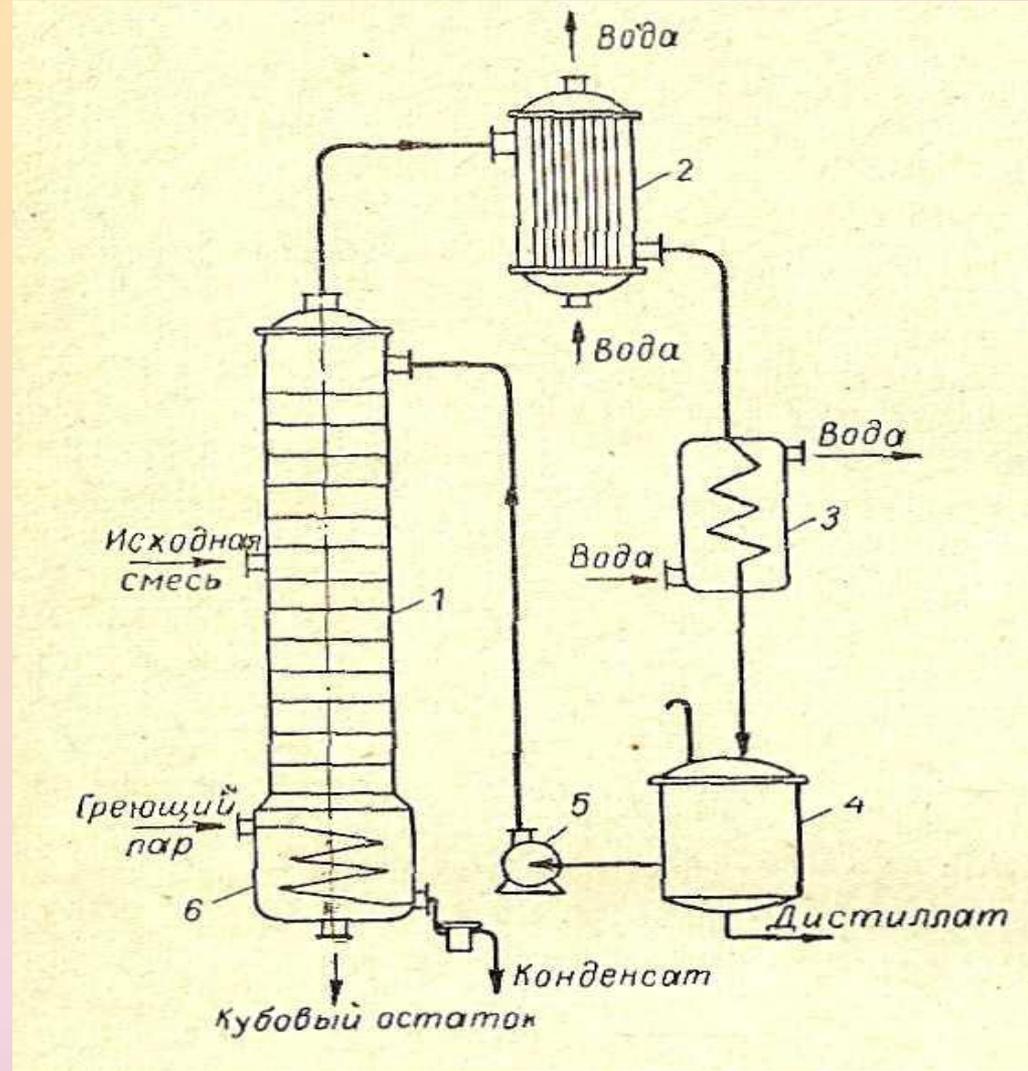


Рис. X. 17. Установки с холодным орошением

Очевидно при такой схеме конденсатор и холодильник могут быть расположены на любой высоте.

Флегма, подаваемая на верхнюю тарелку колонны, имеет температуру более низкую, чем пары, отвечающие ей по составу, поэтому верхняя тарелка служит парциальным конденсатором и не должна учитываться при расчете высоты аппарата.

Применение холодного орошения сопряжено с затратой энергии на перекачку флегмы, что особенно существенно при больших флегмовых числах.

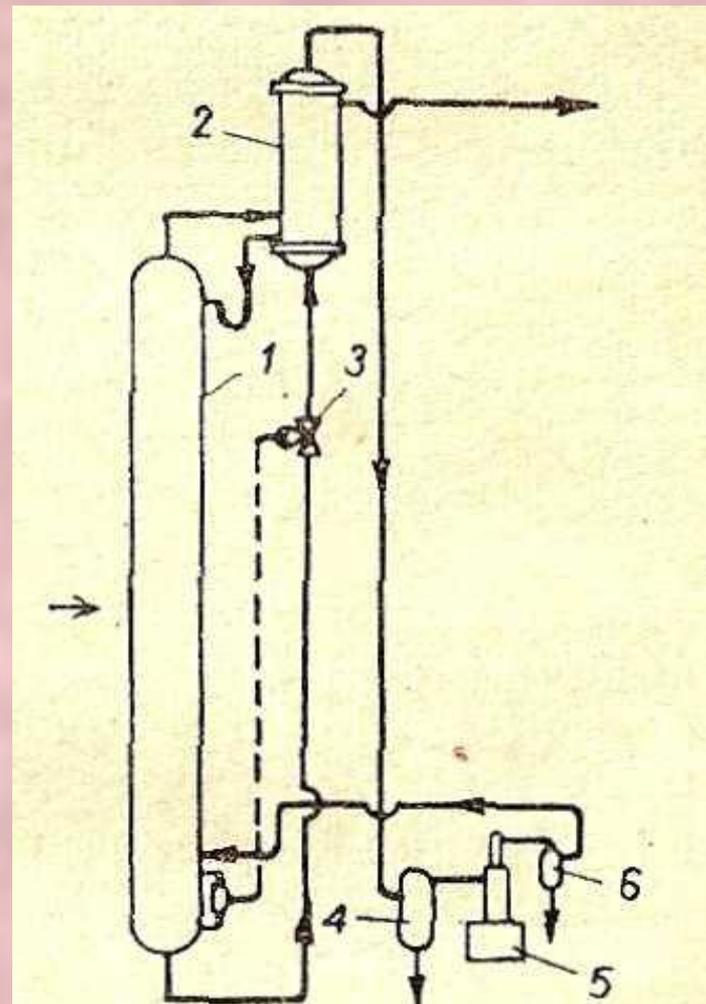
Однако эти затраты компенсируются упрощением строительного решения и сокращением расхода энергии для подачи хладагента.

Следует иметь в виду, что применение холодного орошения допускает более простое и точное регулирование процесса ректификации.

В колоннах с малой разностью температур между верхней и кубовой частями, например в колоннах концентрирования этиленовой, пропиленовой и других фракций, для уменьшения энергетических затрат применяется схема «теплового насоса»

Принцип действия:

Из куба колонны выводится часть жидкости и дросселируется в дефлегматор, причем происходит ее испарение, и пары используются в качестве охлаждающего агента в дефлегматоре, затем они вновь сжимаются компрессором до давления в колонне и возвращаются в куб.



1-колонна; 2-дефлегматор;  
3-дроссельное устройство;  
4-сепаратор; 5-компрессор;

Выше было указано, что ректификационные колонны непрерывного действия состоят из укрепляющей и исчерпывающей частей.

Соотношение между этими частями может быть самым различным и зависит от состава разделяемой смеси и задач разделения, а также от агрегатного состояния исходной смеси.

При этом укрепляющая и исчерпывающая части могут отличаться как по высоте, так и по диаметру.

В отдельных случаях колонна может состоять только из укрепляющей или только из исчерпывающей части.

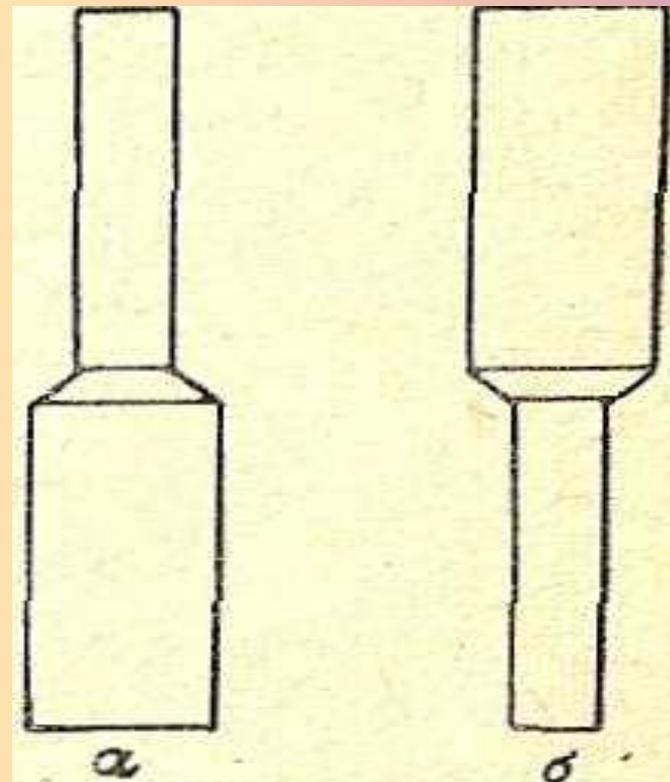
На рисунке изображены два варианта колонны с укрепляющими и исчерпывающими частями различных диаметров.

Первый вариант (а) — колонна, укрепляющая часть которой имеет меньший диаметр, чем исчерпывающая.

Такие колонны применяют в тех случаях, когда количество отбираемого дистиллата мало по сравнению с количеством кубового продукта, а молекулярный вес последнего меньше молекулярного веса дистиллата.

Очевидно, что потоки паров и жидкостей в верхней и нижней частях колонны будут существенно отличаться: в верхней части они будут меньше, чем в нижней.

Если различия в нагрузках по пару и по жидкости не очень значительны, то колонну целесообразно делать одного диаметра как в исчерпывающей, так и в



Характерными примерами колонн с диаметром укрепляющей части меньшим, чем исчерпывающей части, являются аппараты для ректификации слабых водных растворов уксусного альдегида или этилового спирта, например колонны для ректификации альдегидной воды, получаемой при отмывке дивинила в производстве его по способу С. В. Лебедева.

Второй вариант(б) — колонна, укрепляющая часть которой имеет больший диаметр, чем исчерпывающая.

Применяются в случае подачи питания в паровой фазе при небольшом значении флегмового числа.

Пример : колонну для отгонки слабого этилового спирта из гидролизата в производстве спирта из этилена сернокислотным методом.

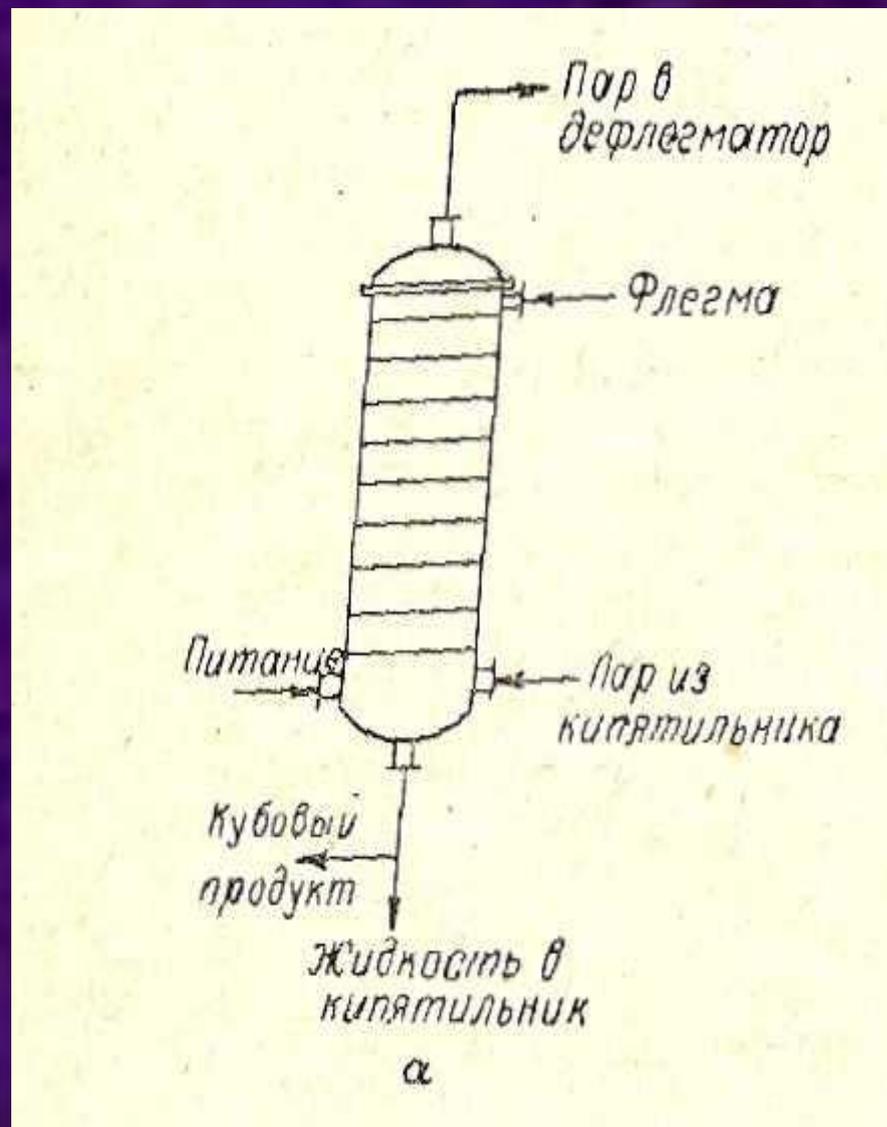
При применении насадочных колонн весьма существенным обстоятельством, определяющим скорости в отдельных частях, а следовательно, и диаметры, является нагрузка по жидкости.

В ряде случаев на практике пользуются неполными колоннами, состоящими только из одной части — укрепляющей или исчерпывающей.

### Укрепляющая колонна (а)

отличается тем, что питание — смесь, подлежащая разделению, — подается непосредственно в куб обычно в виде паров.

Таким образом, кубовая жидкость (в идеальном случае) имеет состав, равновесный с составом паров питания, дистиллат же получается, как и в полных колоннах, в виде легколетучего компонента заданной степени чистоты.



## Применение:

- при *обработке смесей, содержащих* относительно небольшое количество труднолетучего компонента,
- при значительной разнице в летучестях разделяемых веществ.

В результате получается *основная масса* легколетучего компонента в виде достаточно чистого верхнего продукта, а кубовая жидкость, содержащая значительный процент этого компонента, но относительно небольшой от исходного количества, может быть подвергнута, если в этом есть необходимость, дополнительной ректификации на маленькой колонке.

Такие колонны применяются в ряде производств ООС и СК для заключительной очистки продуктов:

- для ректификации стирола от примесей полимеров,
- для отделения уксусной кислоты от катализатора и высококипящих веществ в производстве этой кислоты окислением уксусного альдегида,
- для очистки уксусного ангидрида от полимеров кетена в производстве его из кетена, и т. д.

## Исчерпывающая колонна (б)

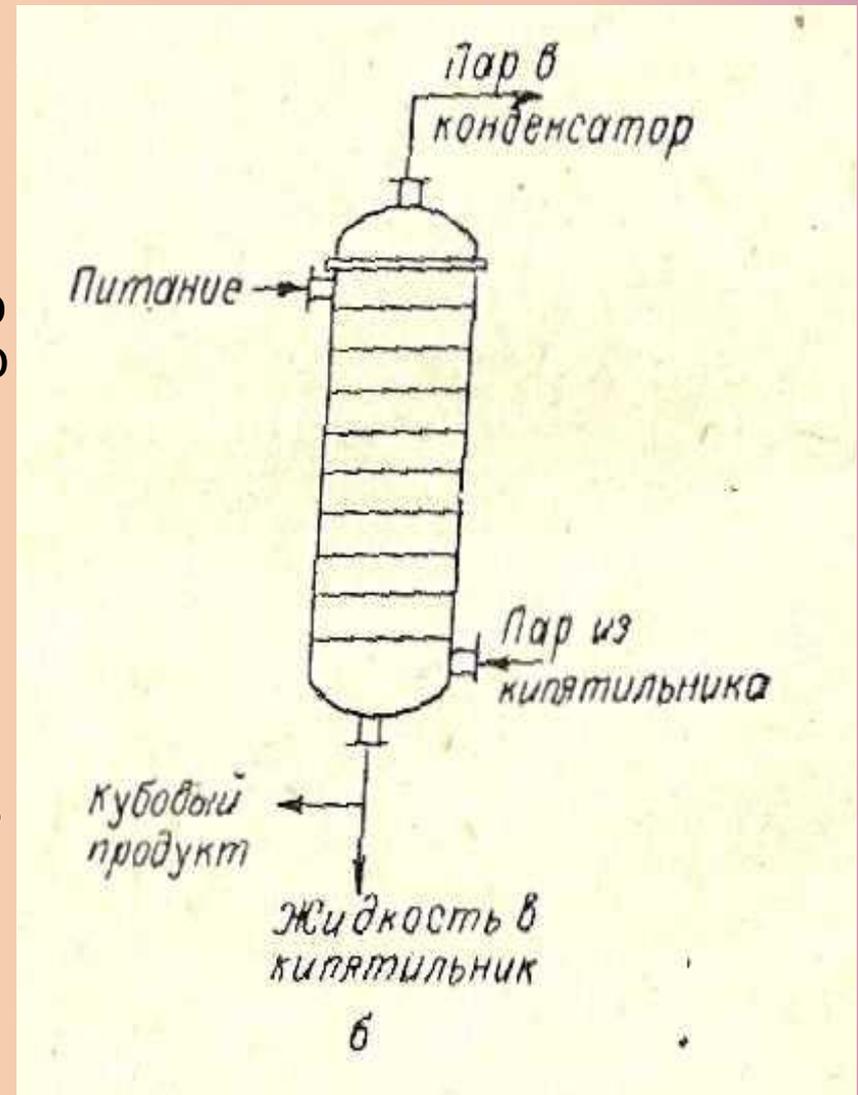
Такие колонны действуют по противоположному принципу и, соответственно, имеют противоположное назначение.

Разделяемая смесь подается в такую колонну в виде жидкости на самую верхнюю тарелку.

Пары, равновесные с этой жидкостью, отводятся с верха колонны как дистиллат и поступают непосредственно в конденсатор.

Дефлегматора колонна не имеет. Поэтому дистиллат не может быть получен с меньшим содержанием труднолетучего компонента, чем это обусловлено равновесием разделяемой пары компонентов.

Зато «кубовая жидкость» представляет собой труднокипящий компонент требуемой степени чистоты.



## Применение:

обычно для разделения смесей, содержащих небольшие концентрации легколетучего компонента, и задачей их является либо получение кубового продукта, свободного от примесей легколетучего компонента, либо полное извлечение последнего (если он является целевым продуктом) из кубовой жидкости.

Как уже упоминалось, дистиллат получается со значительным содержанием труднолетучего компонента.

В случае необходимости, что бывает довольно часто, он подвергается дополнительной ректификации на полной колонне, однако размеры ее будут гораздо меньше, так как количество дистиллата сравнительно невелико по отношению к исходной разделяемой смеси.

- *Пример практического применения исчерпывающих колонн:* дистилляция гидроперекиси изопропилбензола, где ставится задача максимального извлечения изопропилбензола из высококипящей гидроперекиси;
- отгонка этилового спирта из его разбавленных растворов, при которой ставится задача *полного извлечения* спирта из кубовой воды.

Заканчивая рассмотрение неполных колонн, необходимо отметить, что исчерпывающие и укрепляющие колонны часто применяются в одной установке и соединяются последовательно, образуя таким образом одну полную колонну.

Это делается в тех случаях, когда полная колонна получается слишком высокой, с очень большим числом тарелок.

Разбивая ее на две отдельные колонны — исчерпывающую и укрепляющую — можно получить преимущества как в чисто конструктивном отношении, так и в смысле снижения гидравлических сопротивлений, что особенно важно при ректификации под вакуумом.

Классическим примером в последнем случае является ректификация продукта дегидрирования этилбензола — так называемого «печного масла».

Ввиду близости летучестей этилбензола и стирола для их разделения требуется колонна с очень большим числом тарелок.

Гидравлическое сопротивление такой колонны оказывается настолько значительным, что в ее кубе невозможно создать вакуума, достаточного для поддержания температуры ниже той, при которой наступает

Если же разделить колонну на 2 части, — укрепляющую и исчерпывающую (практически это не чисто укрепляющая и исчерпывающая колонны, но весьма близкие к ним), то каждая из них будет иметь гидравлическое сопротивление в допустимых пределах и возможна устойчивая работа установки без полимеризации стирола;

Правда, в случае ректификации стирола можно применить тарелки с очень малым гидравлическим сопротивлением, например колосниковые.

Однако в других случаях рассматриваемый прием является единственно возможным.

# Установки для ректификации многокомпонентных смесей

Разделение многокомпонентных смесей возможно двумя способами:

- периодическим
- непрерывным

# Периодическая ректификация.

При периодической ректификации многокомпонентных смесей пользуются установкой, ничем не отличающейся от установки для разделения бинарных смесей.

Отличия заключаются лишь, в методе работы, который сводится к последовательному отбору с верха колонны отдельных фракций, отвечающих различным компонентам разделяемой смеси.

При этом наряду с фракциями, содержащими относительно чистые продукты, получается большое количество промежуточных фракций, представляющих собой смеси соответствующих веществ и подлежащих дополнительному разделению.

Помимо уже отмеченных недостатков периодической ректификации, наличие промежуточных фракций очень усложняет процесс.

Применение периодического способа ректификации многокомпонентных смесей в современных многотоннажных производствах ООС и СК крайне нежелательно.

# Непрерывная ректификация.

Для непрерывной ректификации многокомпонентных смесей с целью получения всех ее компонентов в виде отдельных фракций необходимо применение ряда последовательно соединенных колонн, каждая из которых разделяет поступающий продукт на легколетучий дистиллат и труднолетучий остаток.

Если смесь содержит  $n$  компонентов, то требуемое число колонн будет на единицу меньше, т. е.  $n - 1$ .

Это и понятно, так как каждая колонна выдает лишь один целевой продукт (верхний или нижний), а последняя — два (верхний и нижний).

Например, если смесь содержит три компонента, то в первой колонне происходит разделение на один из компонентов и на смесь двух других; эта смесь направляется во вторую колонну, где и разделяется с получением двух фракций, отвечающих второму и третьему компонентам исходной смеси.

Разделение многокомпонентной смеси в многоколонной установке может осуществляться по различным вариантам, отличающимся последовательностью выделения чистых компонентов.

Так, из смеси могут отгоняться наиболее легколетучие компоненты в порядке убывающей летучести (рис. X. 21, а).

Противоположным этому варианту является, метод последовательного отбора трудно летучих компонентов из куба в порядке возрастающей летучести (рис. 21,6).

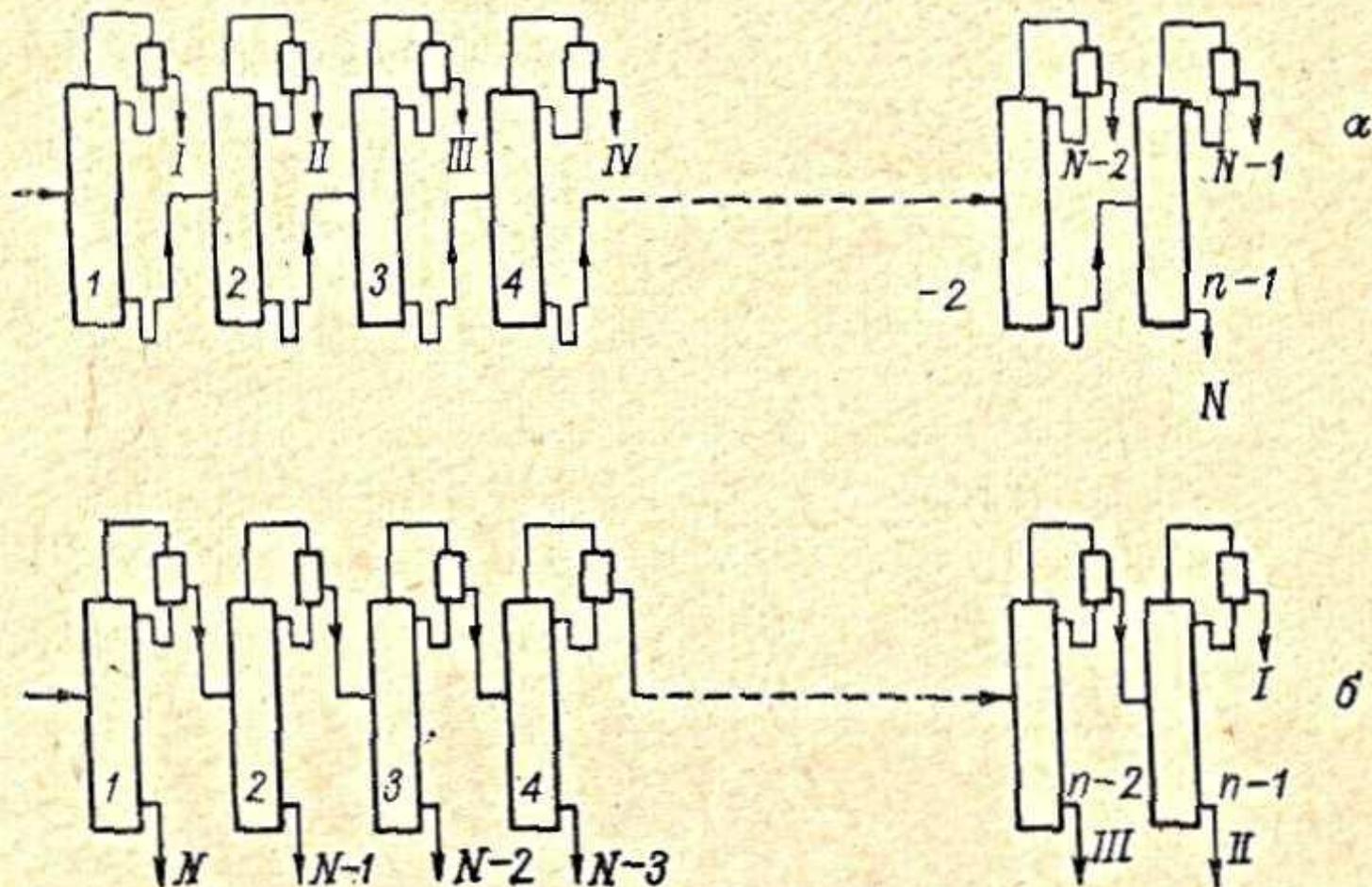


Рис. X. 21. Два возможных варианта разделения многокомпонентной смеси (*a* — последовательная отгонка компонентов в дистиллат; *b* — последовательное выделение компонентов из кубов):

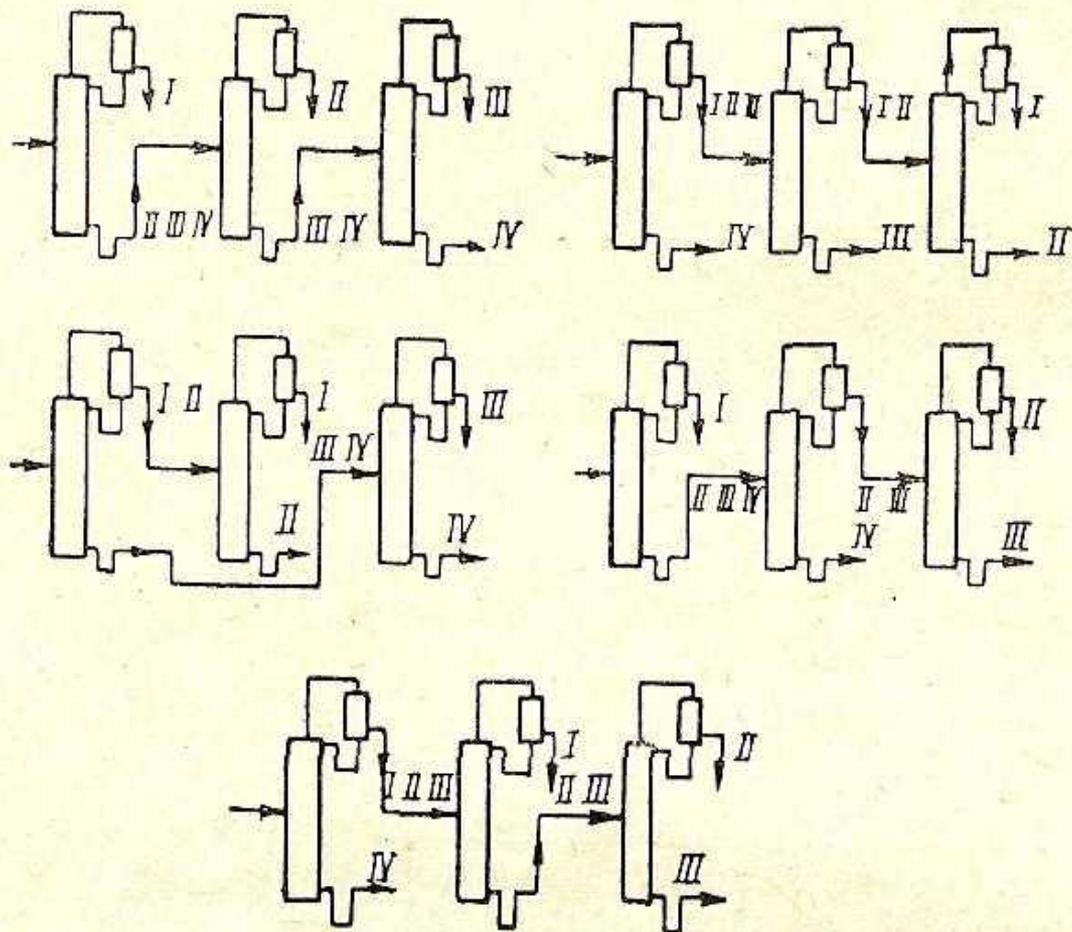
*I, II, III ... N-2, N-1, N* — компоненты в порядке убывающей летучести;  
*1, 2, 3 ... n-2, n-2, n-1* — номера колонн.

Между этими двумя крайними вариантами могут существовать промежуточные, в которых в том или ином порядке происходит чередование отбора из верхней / нижней частей колонн.

Число этих вариантов быстро возрастает с ростом числа компонентов в разделяемой смеси.

Так, если трехкомпонентная смесь может быть разделена только по двум вариантам, то для четырех компонентной смеси может быть 5 вариантов (рисунок X. 22), для пяти компонентной — 14, для шестикомпонентной — 42 варианта и т. д.

Рис. X. 22. Пять возможных вариантов разделения смеси из четырех компонентов (I, II, III, IV) в трехколонной ректификационной установке.



Недостатком многоколонных установок является их громоздкость и высокая стоимость.

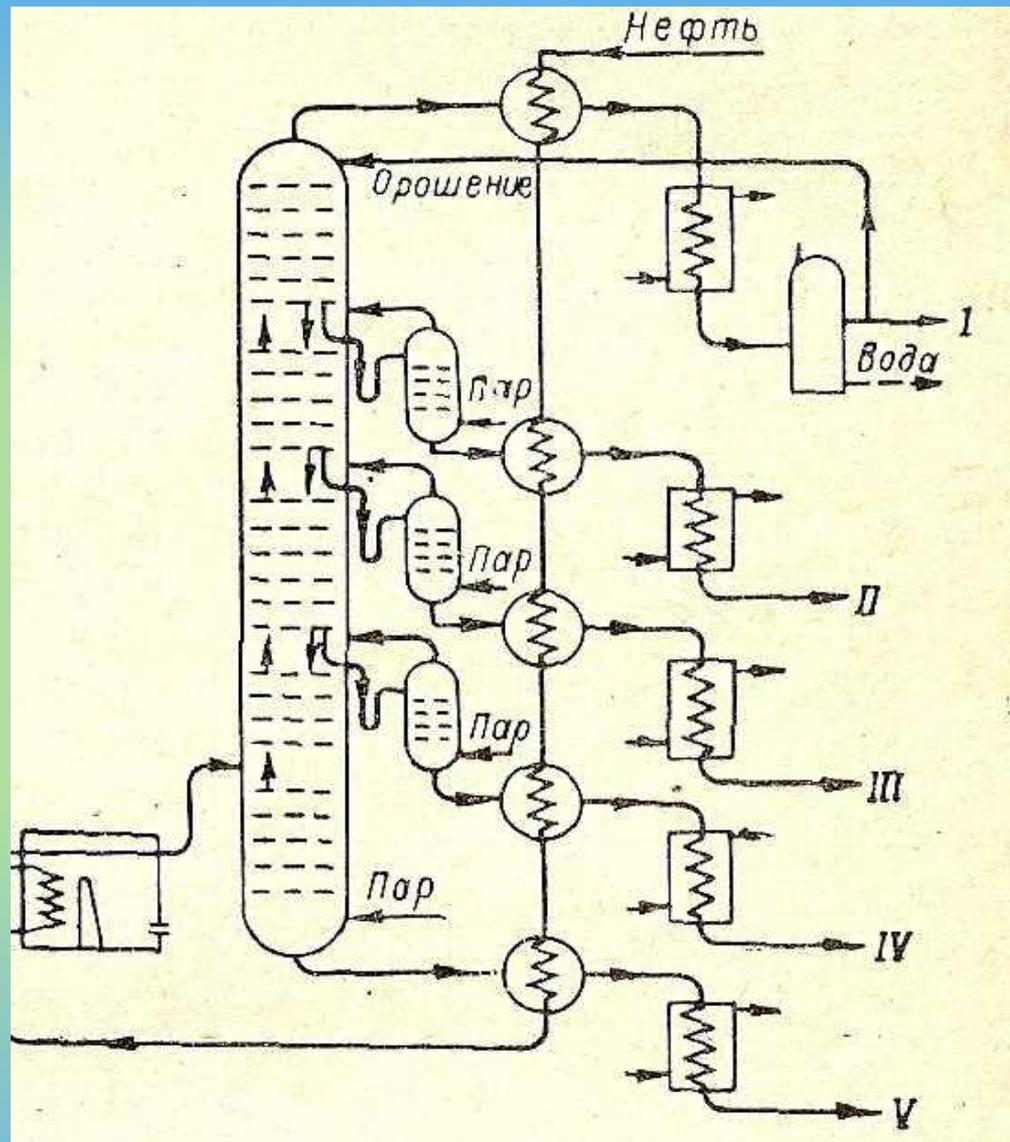
Поэтому в ряде случаев применяют для разделения сложных смесей одноколонные установки.

В

нефтеперерабатывающей промышленности используются сложные колонны,

представляющие собой комбинацию укрепляющих частей ряда колонн, совмещенных в одной колонне и расположенных друг за другом.

Исчерпывающие части отдельных колонн вынесены в виде самостоятельных аппаратов.



1,2,3,4,5- компоненты в порядке убывающей летучести.

Сложная колонна может работать по единственной схеме:

с верха укрепляющих секций каждой и совмещенных в ней простых колонн уходит паровая смесь всех компонентов, кроме одного — наименее летучего.

Последний выводится из куба соответствующей исчерпывающей секции.

- Анализируя работу сложной колонны, в свете приведенных выше выводов С. В. Львова, нетрудно прийти к заключению, что она работает по наименее выгодному варианту (рис. X. 21,б).

Вероятно, применение таких колонн не имеет существенных перспектив в промышленности ООС и СК

Наконец, необходимо отметить, что в ряде производств ООС и СК сложные смеси разделяют в обычных одноколонных установках, но отбор тех или иных компонентов смеси производят с определенных тарелок.

Этот прием используют в тех случаях, когда разделяемые смеси мало отличаются от бинарных, т. е. содержат два компонента в преимущественных количествах, а остальные в сравнительно небольших.

Именно таким способом производят отделение примесей высших спиртов в процессе ректификации разбавленных растворов этилового спирта, отделение примесей высших спиртов и карбонильных соединений от синтетического метилового спирта и т. д.

Этот прием, достаточно простой на первый взгляд, сопряжен, однако, с известными трудностями, которые заключаются:

во-первых, необходимо определить, на какой тарелке колонны концентрируются примеси, что далеко не всегда возможно расчетным путем,

во-вторых, отбираемая с промежуточной тарелки фракция не является чистым компонентом, а всегда содержит значительное количество основных разделяемых веществ (например, наряду с высшими спиртами всегда будет выводиться из колонны этиловый спирт и вода).

Следовательно, необходимы дополнительные операции

для регенерации целевого продукта и получения отбираемой фракции в сравнительно чистом виде.